



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS

FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA



PRISCILLA SANTOS GUIMARÃES

Cirurgiã-dentista

**INFLUÊNCIA DA ARMAZENAGEM EM ÁGUA NA
RESISTÊNCIA À FLEXÃO BIAxIAL DE PORCELANA
UNIDA A MATERIAIS RESINOSOS PARA FIXAÇÃO**

*Dissertação apresentada à Faculdade
de Odontologia de Piracicaba, da
Universidade Estadual de Campinas,
para obtenção do TÍTULO DE
MESTRE EM CIÊNCIAS ÁREA DE
MATERIAIS DENTÁRIOS.*

**Piracicaba
1999**

UNICAMP
BIBLIOTECA CENTRAL

1915005

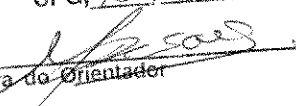
UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA

PRISCILLA SANTOS GUIMARÃES
Cirurgiã-dentista

**INFLUÊNCIA DA ARMAZENAGEM EM ÁGUA NA
RESISTÊNCIA À FLEXÃO BIAxIAL DE PORCELANA UNIDA A
MATERIAIS RESINOSOS PARA FIXAÇÃO**

*Dissertação apresentada à Faculdade
de Odontologia de Piracicaba, da
Universidade Estadual de Campinas,
para obtenção do TÍTULO DE
MESTRE EM CIÊNCIAS ÁREA DE
MATERIAIS DENTÁRIOS.*

Este exemplar foi devidamente corrigido,
de acordo com a Resolução CCPG-036/83
CPG, 18/08/99


Assinatura do Orientador

Orientador: Prof. Dr. MARIO FERNANDO DE GOES

**Piracicaba
1999**

UNIDADE	BC
N.º CHAMADA:	
V.	Ex.
TOMBO BC/	38921
PROC.	229/99
C	<input type="checkbox"/>
D	<input checked="" type="checkbox"/>
PREÇO	R\$ 11,00
DATA	07/10/99
N.º CPD	

CM-00126404-2

Ficha Catalográfica

G947i Guimarães, Priscilla Santos.
 Influência da armazenagem em água na resistência à flexão
 biaxial de porcelana unida a materiais resinosos para fixação. /
 Priscilla Santos Guimarães. -- Piracicaba, SP : [s.n.], 1999.
 111p. : il.

Orientador : Prof. Dr. Mario Fernando de Goes.
 Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual de Campinas,
 Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

1. Materiais dentários. 2. Resistência dos materiais. 3.
 Cimentos dentários. 4. Porcelana. 5. Armazenamento. I. Goes,
 Mario Fernando. II. Universidade Estadual de Campinas.
 Faculdade de Odontologia de Piracicaba. III. Título.

Ficha Catalográfica elaborada pela Bibliotecária Marilene Girello CRB / 8 – 6159, da
 Biblioteca da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, UNICAMP.



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA



A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Tese de MESTRADO, em sessão pública realizada em 14 de Junho de 1999, considerou a candidata PRISCILLA SANTOS GUIMARÃES aprovada.

1. Prof. Dr. MARIO FERNANDO DE GOES

2. Prof. Dr. FERNANDO MANDARINO

3. Prof. Dr. LOURENCO CORRER SOBRINHO

Dedico este trabalho

A Deus Senhor de toda sabedoria.

Aos meus pais Ebes e Conceição por terem acreditado em mim, e sempre me apoiado durante toda a minha vida.

A Roberto, pelo amor, incentivo e confiança que depositou em mim.

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

Ao Prof. Dr MARIO FERNANDO DE GOES, Adjunto da Área de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, cuja competência científica proporcionou sempre orientação segura e sincera no transcorrer deste trabalho, e pela constante disponibilidade dedicada aos seus orientados.

Ao Prof. Dr. SIMONIDES CONSANI, Titular da Área de Materiais Dentários, da FOP – UNICAMP, pelo exemplo de competência, e papel determinante na minha formação científica.

MEUS SINCEROS AGRADECIMENTOS.

AGRADECIMENTOS

À Direção da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, na pessoa de seu Diretor Prof. Dr. ANTÔNIO WILSON SALLUM e Diretor Associado Prof. Dr. FRAB NORBERTO BOSCOLO.

À Prof. HERMENEGILDA GRASSELLI BATTITUCCI, professora do Departamento de Prótese, da Faculdade de Odontologia, da Universidade Federal do Espírito Santo, pelo carinho e pelo incentivo para que fizesse pós-graduação na Área de Materiais Dentários.

Ao Prof. Dr. ITAMAR FERREIRA do Departamento de Engenharia de Materiais da UNICAMP, por ter sanado minhas dúvidas sempre que dele necessitei e pelo auxílio na elaboração da análise estatística de Weibull.

Ao Prof. Dr. MÁRIO ALEXANDRE COELHO SINHORETI da Área de Materiais Dentários, da FOP – UNICAMP, por ter realizado a análise estatística para comparação de médias.

Ao técnico de prótese dentária JORGE ALCARDE, por ter cedido o forno de porcelana para confecção dos corpos-de-prova, e pelas instruções essenciais para confecção destes.

Ao técnico especializado na Área de Materiais Dentários da FOP, UNICAMP, engenheiro MARCOS BLANCO CANGIANI, pela confecção dos suportes em resina e disposição para ajudar na realização dos trabalhos executados.

À Sra. SELMA A. B. SOUZA, técnica da Área de Materiais Dentários da FOP, UNICAMP, pela amizade e paciência.

À colega CHRISTIANE MARTINS DE LANNA S. CARVALHO, Mestre na Área de Materiais Dentários, por ter dividido comigo sua experiência, colaborando assim efetivamente para realização deste trabalho.

Aos colegas de pós-graduação ECLÉRION CHAVES e HUGO M. OSHIMA pelo companherismo e auxílio nos momentos de dificuldade.

À colega IGNEZ MARTINS FIALHO, Cirurgiã-Dentista, pela amizade e auxílio na revisão deste trabalho.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – CAPES, pela concessão de bolsa de estudos que nos permitiu realizar o Curso de Pós-Graduação.

Aos colegas de pós-graduação, pelo convívio durante todo o curso e a todos aqueles que direta ou indiretamente auxiliaram na elaboração deste trabalho.

MEUS SINCEROS AGRADECIMENTOS.

Vale a pena fazer bem aquilo que vale a pena ser feito.

Nicholas Poussin.

A primeira qualidade do estilo é a clareza.

Aristóteles.

SUMÁRIO

1. LISTA	01
2. RESUMO	07
3. ABSTRACT	09
4. INTRODUÇÃO	11
5. REVISÃO DA LITERATURA	15
6. MATERIAIS E MÉTODO	
6.1 – Confeção dos discos de porcelana	47
6.2 – Aplicação do agente cimentante e armazenagem	51
6.3 – Teste de flexão biaxial	55
6.4 – Análise Estatística	60
7. RESULTADOS	
7.1 – Ensaio de resistência à tração	63
8. DISCUSSÃO DOS RESULTADOS	69
9. CONCLUSÃO	77
10. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	79
11. APÊNDICE	85

LISTA

TABELAS

1. Materiais utilizados para confecção dos corpos-de-prova e seus respectivos fabricantes.	48
2. Análise de Variância para os valores de resistência à fratura obtidos para os agentes de cimentação nos diferentes períodos de armazenagem.	64
3. Valores médios de tensão de fratura (MPa) para os dois agentes cimentantes, nos diferentes períodos de armazenagem.	64
4. Valores médios de tensão de fratura (MPa) para os dois agentes cimentantes, independente do período de armazenagem.	65
5. Valores de taxa de deformação (ε) para o Grupo 1.	85
6. Valores de taxa de deformação (ε) para o Grupo 2.	85
7. Valores de taxa de deformação (ε) para o Grupo 3.	86
8. Valores de taxa de deformação (ε) para o Grupo 4.	86
9. Valores de taxa de deformação (ε) para o Grupo 5.	87
10. Valores de taxa de deformação (ε) para o Grupo 6.	87
11. Valores numéricos de tensão de fratura (σ_f) para o Grupo 1.	88
12. Valores numéricos de tensão de fratura (σ_f) para o Grupo 2.	89
13. Valores numéricos de tensão de fratura (σ_f) para o Grupo 3.	90
14. Valores numéricos de tensão de fratura (σ_f) para o Grupo 4.	91
15. Valores numéricos de tensão de fratura (σ_f) para o Grupo 5.	92
16. Valores numéricos de tensão de fratura (σ_f) para o Grupo 6.	93

17. Valores de tensão de fratura por amostra, em MPa, seguidos da média por Grupo.	94
18. Cálculo dos dados estatísticos levados ao gráfico da reta para o Grupo 1.	95
19. Cálculo dos dados estatísticos levados ao gráfico da reta para o Grupo 2.	95
20. Cálculo dos dados estatísticos levados ao gráfico da reta para o Grupo 3.	96
21. Cálculo dos dados estatísticos levados ao gráfico da reta para o Grupo 4.	96
22. Cálculo dos dados estatísticos levados ao gráfico da reta para o Grupo 5.	97
23. Cálculo dos dados estatísticos levados ao gráfico da reta para o Grupo 6.	97
24. Alteração da espessura de película após armazenagem para o Grupo 2.	107
25. Alteração da espessura de película após armazenagem para o Grupo 3.	107
26. Alteração da espessura de película após armazenagem para o Grupo 5.	108
27. Alteração da espessura de película após armazenagem para o Grupo 6.	108

QUADROS

I. Agentes de cimentação utilizados no estudo e suas respectivas composições.	47
II. Agentes de cimentação utilizados na pesquisa divididos em seus respectivos grupos.	54
III. Resultados obtidos através da Distribuição de Weibull.	67

FIGURAS

1. Matriz metálica utilizada para obtenção dos discos cerâmicos de média fusão. A) base, B) anel menor, C) pistilo menor, D) anel maior, E) pistilo maior.	49
2. Matrizes utilizadas para desgaste do disco cerâmico de média fusão e broca (A) e para aplicação da porcelana de baixa fusão (B); ponta diamantada (C).	50

3. Disco cerâmico fixado ao suporte de resina acrílica para procedimentos de condicionamento e aplicação do agente cimentante.	52
4. Suporte metálico circular utilizado no momento do teste de flexão biaxial.	55
5. Corpo-de-prova posicionado para o teste de flexão biaxial. A) Mordente superior da máquina de ensaio universal, B) pistão com esfera para aplicação da carga, C) suporte metálico circular, D) mesa presa à base da máquina de ensaio.	56
6. Corpo-de-prova posicionado para o teste de flexão biaxial. (A) Pistão com esfera para aplicação da carga, (B) disco cerâmico, (C) suporte metálico circular.	56
7. Ilustração gráfica dos valores médios de tensão de fratura para os dois materiais cimentantes, nos diferentes períodos de armazenagem.	65
8. Distribuição de Weibull para o Grupo 1.	101
9. Distribuição de Weibull para o Grupo 2.	102
10. Distribuição de Weibull para o Grupo 3.	103
11. Distribuição de Weibull para o Grupo 4.	104
12. Distribuição de Weibull para o Grupo 5.	105
13. Distribuição de Weibull para o Grupo 6.	106

EQUAÇÕES

1. Equação e valores determinantes da configuração da reta do gráfico da análise estatística de Weibull para o Grupo 1.	98
2. Equação e valores determinantes da configuração da reta do gráfico da análise estatística de Weibull para o Grupo 2.	98
3. Equação e valores determinantes da configuração da reta do gráfico da análise estatística de Weibull para o Grupo 3.	99

4. Equação e valores determinantes da configuração da reta do gráfico da análise estatística de Weibull para o Grupo 4. 99
5. Equação e valores determinantes da configuração da reta do gráfico da análise estatística de Weibull para o Grupo 5. 100
6. Equação e valores determinantes da configuração da reta do gráfico da análise estatística de Weibull para o Grupo 6. 100

**Abreviaturas
e Siglas****Significado**

%	- Por cento
±	- Mais ou menos
° C	- Grau Celsius
µm	- Micrometro
µg	- Micrograma
Ác.	- ácido
ASTM	- American Society for Testing and Materials
BDMA	- Bisfenol A dimetacrilato
BHT	- Hidroxi tolueno butilato
BIS-GMA	- Bisfenol-A Glicidil Metacrilato
EDAB	- 4 etil dimetil amino benzoato
et al	- et alli (e outros)
Fig.	- Figura
g	- Grama
HEMA	- Hidroxietil metacrilato
h	- Hora
ISO	- International Organization for Standardization
kg	- Kilograma

kgf	- Kilograma força
K _{ic}	- Parâmetro de tenacidade
L	- Fator de carregamento
m	- Módulo de Weibull
min	- Minuto
ml	- Mililitros
mm	- Milímetro
mm/min	- Milímetro por minuto
MPa	- Megapascal
M-O-M	- Ligação elemento metálico – oxigênio – elemento metálico
n	- Exponente ou parâmetro de crescimento de fratura.
N	- Newton
- OH	- Radical hidroxila
ppm	- Partes por milhão
seg	- Segundo
TCB	- Ácido butano tetracarboxílico
TEGDMA	- Trietileno glicol dimetacrilato
U.A.	- Umidade absoluta
U.R.	- Umidade relativa
vol	- Volume

RESUMO

O propósito deste estudo foi avaliar a influência da armazenagem em água na resistência à flexão de porcelana associada a cimentos a base de resina. Para isso foram confeccionados 120 discos (21mm de diâmetro X 2mm de espessura) de porcelana feldspática, compostos de duas camadas distintas. A primeira camada formada por porcelana de média fusão (Duceram-Degussa), seguida da aplicação da porcelana de baixa fusão (Duceram LFC – Degussa) para completar a amostra. Todos os discos cerâmicos foram condicionados com ácido fluorídrico a 10%, durante 4 minutos e divididos em 6 grupos de 20 amostras cada. Em seguida, os materiais resinosos (Scotchbond Resin Cement – 3M, Enforce com flúor – Dentsply) foram manipulados e aplicados de acordo com as instruções dos respectivos fabricantes sobre a superfície condicionada do disco cerâmico. Sobre o cimento recém-aplicado, foi colocada uma folha de polietileno e uma placa de vidro, e o conjunto disco cerâmico-cimento-folha de polietileno e placa de vidro foi posicionado em uma prensa hidráulica e comprimido com uma carga de 1500 gramas. Sob compressão o cimento foi fotopolimerizado por 20 segundos em 4 posições diametralmente opostas. Após a remoção da carga, o cimento foi polimerizado por mais 20 segundos na região central. Os corpos-de-prova assim obtidos foram armazenados em água destilada por períodos de 24h, 3 meses e 6 meses. A seguir os corpos-de-prova foram submetidos ao ensaio de flexão biaxial, a uma velocidade de 1 mm/min, em uma máquina Instron (Modelo 4411). Os valores obtidos foram submetidos a cálculos matemáticos para determinação da tensão de fratura. Em seguida, estes valores foram submetidos à Distribuição de Weibull, análise de variância e ao teste de Tukey. Os resultados demonstraram que não

houve diferença estatisticamente significativa ($p < 0,01$) nos valores de resistência encontrados para os diferentes períodos de armazenagem. No entanto os grupos onde utilizou-se o material Enforce, apresentaram valores estatisticamente superiores ($p < 0,01$) àqueles encontrados para os grupos com o material Scotchbond. O Material Enforce apresentou maior módulo de Weibull e conseqüentemente, menor probabilidade de falha em relação ao material Scotchbond Resin Cement.

Palavras-chave: - Materiais dentários
- Resistência dos materiais
- Cimentos dentários
- Porcelana
- Armazenamento

ABSTRACT

The purpose of this study was to evaluate the influence of water storage on the tensile strength of feldspathic porcelain associated to resin cements. One hundred twenty porcelain discs (21 mm in diameter x 2 mm thick) were fabricated in two different layers. The first one was done of medium fuse porcelain (Duceram – Degussa), followed by the application of a layer of low fusion porcelain (LFC –Degussa). All discs were conditioned with 10% fluoridric acid, for 4 minutes and divided in 6 groups of 20 samples each. After, the resin cements (Scotchbond Resin Cement – 3M, Enforce fluoride containing – Dentsply) were manipulated according to manufacturers instructions and, applied over the conditioned surface of the porcelain disc. Over it a polyethylene sheet and a glass slab was placed, and the assembly was taken to a hydraulic press and squeezed with a load of 1500 g. Under compression cement was photopolimerized for 20 seconds in 4 different positions. After the removal of the load, the cement was photopolimerized for 20 seconds on the middle of the disc. The samples were then stored in distilled water for 24 hours, 3 and 6 months. The biaxial flexure test was conducted in a universal test machine (Instron – model 4411), at a cross speed of 1 mm/min. The data was then submitted to Tukey's test and Weibull Distribution. From the results, there was no statistic difference ($p<0.01$) on the strength values for the different periods of storage in water. However the strength values for groups with Enforce was statistically higher ($p<0.01$) than those for Scotchbond Resin Cement. The material Enforce showed a higher Weibull modulus and lower probability of failure in comparison with Scotchbond Resin Cement.

INTRODUÇÃO

Próteses metalo-cerâmicas são comumente utilizadas para restaurar dentes anteriores e posteriores, por combinarem a estética da porcelana com a resistência e assentamento da infra-estrutura metálica. Porém, com a crescente demanda pela estética e com a melhoria dos materiais resinosos para cimentação, o uso de porcelana pura como material restaurador tem se difundido substancialmente^{7, 28, 33}.

A porcelana apresenta inúmeras vantagens sobre os demais materiais estéticos, como propriedades ópticas, biocompatibilidade, estabilidade de cor, durabilidade e capacidade de ser condicionada para execução de procedimentos de união²⁸. Porém entre suas limitações, a mais séria está relacionada a sua elevada friabilidade³. Assim, apresenta pouca ou nenhuma deformação elástica quando submetidas a forças de tração.

Quando em função, os materiais restauradores estão sujeitos a forças de cisalhamento, tração e compressão, e as porcelanas como materiais friáveis, são mais sensíveis a esforços de tração que de compressão^{35,19}. A determinação da resistência à flexão desta classe de materiais, é considerada a propriedade mais importante para avaliação do potencial de falha de restaurações dentais, especialmente na presença de falhas superficiais³.

Naturalmente, microrachaduras (3-6 μm) estão presentes em materiais cerâmicos, e são conhecidas como "falhas de Griffith"³⁹. Estes microdefeitos podem estar presentes no interior do material como resultado do método de preparo ou podem ser gerados durante carregamento mecânico e/ou ataque químico. A interação da tensão

mecânica e dos microdefeitos resulta em uma fenda macroscópica, a qual se propaga de maneira lenta, até que ocorra a fratura do material. Assim o comportamento de fratura requer 2 passos: a formação de uma fenda e depois sua propagação⁹.

É sabido que a resistência da porcelana em meio aquoso é inferior à da porcelana em meio seco^{17, 29}. Isto é explicado pela expansão das falhas produzida pelo efeito de cunha da absorção de água³⁹. A água está disponível a todas as superfícies externas expostas à saliva. Também são fontes de umidade para as superfícies internas da porcelana, a dentina vital, infiltração marginal e difusão através dos cimentos dentais. Por isso, algum grau de crescimento assistido de fraturas deve ser incluído como parte de qualquer ensaio de resistência¹⁹.

A aplicação de uma porcelana de baixa fusão na superfície da restauração pode diminuir consideravelmente a ocorrência destas microrachaduras, porém isto não é possível na superfície interna da restauração. Neste caso o condicionamento ácido e uso de cimentos resinosos melhoram a resistência da porcelana^{6, 14, 29}, por limitar a propagação de fraturas. Entretanto não se sabe se esta ação persistiria em função do tempo no meio oral.

Mais recentemente os resultados *in vitro* com materiais resinosos modificados por poliácidos, tem encorajado a sua utilização como materiais cimentantes de peças de precisão, com a vantagem da liberação de flúor³⁰. Porém ainda não foi estabelecido se o desempenho destes materiais resinosos modificados por poliácidos ou materiais que liberam flúor usados como agentes cimentantes de restaurações em porcelana pura, seria similar aos agentes de cimentação resinosos convencionais. Já que observações clínicas têm sugerido a relação entre fratura de restaurações de porcelana pura com o uso de agentes de cimentação resinosos modificados¹⁸. Como a água do meio pode ser

absorvida pela matriz orgânica formada por moléculas monoméricas modificadas por poliácidos ou monômeros polimerizáveis, que possuem afinidade por água, é possível que a embebição deste material possa ter efeito adverso sobre a resistência da porcelana ².

Dentre os testes para avaliação de resistência de materiais frágeis, o ensaio de flexão biaxial é considerado o mais confiável ^{15, 25, 36}, porque as tensões máximas de tração são geradas na área central de carregamento e os efeitos das condições dos bordos da amostra são eliminados ^{3, 25}. Além disso a tensão do tipo biaxial é comumente encontrada quando o material está em uso na cavidade oral.

Desta forma o propósito deste estudo foi avaliar o efeito da armazenagem em meio aquoso na resistência à flexão biaxial de porcelana associada a materiais resinosos convencionais e que liberam flúor, indicados para cimentação.

REVISÃO DA LITERATURA

RADFORD & LANGE²⁵, em 1977, analisando os fatores de carregamento no teste de flexão biaxial, observaram a dependência do fator de carregamento (L) no módulo de Weibull (m), e que as dimensões das amostras influenciam esta dependência de maneira significativa. Porém praticamente nenhuma diferença foi encontrada entre os suportes de três pontos e o em anel. Enquanto que a posição dos pontos de suporte relativa à periferia do disco desempenhou apenas uma pequena influência. Afirmam que a determinação da resistência de materiais frágeis através dos ensaios de flexão uniaxial de 3 e 4 pontos, já é uma técnica bem estabelecida, porém estes testes apresentam duas grandes deficiências: (1) os efeitos de bordo resultantes das técnicas de preparo das amostras, contribuem para a obtenção dos valores de resistência e; (2) uma vez que a resistência é fortemente influenciada pelas falhas criadas durante o acabamento ou polimento superficial, o efeito de diferentes direções das estrias geradas durante o desgaste não podem ser completamente analisadas, a não ser que sejam comparados dois grupos distintos. Já o teste de flexão biaxial supera todas estas deficiências, por ser independente das condições dos bordos da amostra e considera todas as falhas independente da sua direção. Afirmam que juntamente com a análise estatística de Weibull, os valores experimentais de resistência obtidos a partir de uma série de amostras podem exibir uma relação definida entre a probabilidade que uma amostra tem de fraturar e a tensão a qual esta é submetida.

MORENA *et al*²², em 1986, realizaram um estudo sobre a fadiga de cerâmicas de uso odontológico em ambiente oral simulado. Segundo os autores, o processo de degradação das cerâmicas em meio aquoso é denominado fadiga e,

acredita-se ser causado pelo processo de corrosão envolvendo o crescimento estável de pequenas falhas pré-existentes. E uma vez que as restaurações em porcelana encontram-se em contato constante com a água, substância primária da saliva, além de estar presente nos túbulos dentinários e nos agentes cimentantes, o expoente de crescimento de fratura n , foi estudado para diferentes tipos de porcelana (feldspática, alumínica e porcelana policristalina de grãos finos) em meio aquoso, através do teste de flexão biaxial. A porcelana feldspática foi testada tanto em água quanto em saliva artificial, enquanto que as demais foram testadas apenas em água. O material que apresente maior valor de n apresenta maior probabilidade de sobreviver ao longo do tempo. Os resultados mostraram que as diferenças para o valor de n entre as três cerâmicas foi altamente significativa. Através do teste de múltipla variação de Tukey porém, não houve diferença estatisticamente significativa entre os valores de n para porcelana feldspática testada em água daquela testada em saliva artificial. Concluem que o baixo valor de n encontrado para as porcelanas feldspática indica que o material é altamente afetado, de forma adversa, quando exposto à água, sendo o valor de n da porcelana feldspática comparável aos vidros de silicato, conhecidos como os vidros mais susceptíveis à fadiga dentre todas as cerâmicas. O que demonstra que as propriedades mecânicas da porcelana feldspática são controladas, em grande parte, pela matriz vítrea e não pela(s) fase(s) cristalina. A porcelana alumínica, a despeito de seu conteúdo vítreo comparável ao da porcelana feldspática (30 - 40 % vol), apresentou um valor do expoente de fratura (n) significativamente maior que a do vidro de silicato. Enquanto que a porcelana de grãos finos apresentou-se relativamente estável em meio aquoso. A determinação das curvas de predição de vida útil, "lifetime curves", demonstrou que em

um período de 5 anos podem existir tensões suficientes no meio oral, capaz de acarretar falha de próteses fixas em cerâmica.

YAMAMOTO³⁹, em 1988, explicou porque os valores de resistência mensurados da porcelana são extremamente baixos em relação aos valores calculados teoricamente. Existem microrachaduras invisíveis (3 – 6 μm) que encontram-se latentes em amostras de vidro, e dependendo da extensão e direção de tais microrachaduras (conhecidas como falhas de Griffith), a tensão concentrada nos bordos da falha pode ser muito maior que a força aplicada naquela área levando à sua propagação e extensão, resultando em uma considerável diminuição na resistência à fratura realmente mensurada. Quando tensões de tração são produzidas na região superficial, estas servem como cunhas concentrando a tensão, aumentando as falhas, e eventualmente promovendo a fratura. Afirma que a resistência é aparentemente menor no vidro molhado ou vidro exposto ao vapor do que em vidro seco. Isto é explicado pela expansão das falhas devido ao efeito de cunha da água absorvida nestas. Por isso, é possível que a situação clínica, isto é, exposição à saliva, possa ser um outro fator na diminuição da resistência da restauração de porcelana pura.

BAN & ANUSAVICE³, em 1990, utilizaram os testes de flexão de 4 pontos, tração diametral e o teste de flexão biaxial para medir a resistência à fratura para diversos materiais frágeis: cimento de fosfato de zinco, porcelana de corpo, opaco e resina composta fotopolimerizável. Justificam a escolha por testes de resistência à tração para materiais frágeis por considerarem esta propriedade como a mais significativa na avaliação do potencial de fratura de restaurações dentais, especialmente na presença de falhas superficiais críticas. Analisando o teste de tração diametral

concluem que a distribuição complexa de tensões na amostra pode levar a vários modos de fratura; e se a amostra deformar-se significativamente antes da ruptura, os dados podem não ser válidos. Quanto aos testes de flexão afirmam que estes apresentam uma grande vantagem sobre os demais já que tensão de tração pura é gerada em um dos lados da amostra. Os testes de flexão uniaxial estão sujeitos ao efeito das condições dos bordos da amostra, o que pode aumentar muito a variabilidade dos valores de resistência obtidos. Além de terem sido desenvolvidos para teste de materiais de engenharia, que está geralmente associada a amostras relativamente grandes, e as características de falhas de amostras grandes pode não ser representativa daquelas encontradas em restaurações clínicas diminutas. Já a mensuração da resistência de materiais friáveis através do teste de flexão biaxial é considerada mais confiável, porque as tensões máximas de tração são geradas na área central de carregamento e os efeitos das condições dos bordos da amostra são eliminados. Isto permite que amostras levemente empenadas possam ser testadas. Após comparação dos resultados dos diferentes testes concluem que o teste biaxial é de mais simples execução e proporciona uma melhor simulação das dimensões clinicamente relevantes em comparação aos outros testes de resistência. Sendo portanto um método confiável para determinação de resistência de materiais friáveis, por ser também relativamente insensível às condições de teste.

Em 1991, DAVIDSON *et al*⁸ investigaram o desenvolvimento de tensões destrutivas em decorrência da contração de polimerização em um cimento de ionômero de vidro e em um cimento resinoso, em diferentes espessuras de película (30 a 200 μm). A natureza e a magnitude do desenvolvimento de tensões dependeram da formulação do cimento e da espessura de película. No cimento de ionômero de vidro, quanto maior a

espessura de película, maior e mais contínuo o desenvolvimento de tensão. Já para o cimento resinoso, a reação ocorreu mais rapidamente em menores espessuras de película, sendo assim o padrão de desenvolvimento de tensão totalmente diferente. As tensões decorrentes da contração de polimerização, apresentaram um efeito adverso na resistência coesiva do cimento de ionômero de vidro, e na resistência adesiva do cimento resinoso.

Em 1991, DRUMMOND *et al*⁹, estudaram como o envelhecimento fisiológico de porcelana em ar e água, afetariam seu módulo de ruptura e sua susceptibilidade à tensão de corrosão. Afirma que a discrepância existente entre os valores teóricos de resistência de materiais cerâmicos calculados a partir das forças atômicas de união (7000 – 70.000 MPa) e valores de resistências observados (7 – 700 MPa), deve-se a presença de microdefeitos no interior do material. Estes microdefeitos podem estar presentes no interior do material como resultado do método de preparo (falhas de Griffith) ou podem ser gerados durante carregamento mecânico e ou/ ataque químico. A interação da tensão mecânica e dos microdefeitos resulta em uma rachadura macroscópica, a qual se propaga de maneira lenta, até que ocorra a falha do material. Assim o comportamento de fratura requer 2 passos: a formação de uma rachadura e depois sua propagação. Para testar o envelhecimento fisiológico desta classe de materiais foram confeccionadas barras de porcelana de magnésio-alumina (Cereston – J & J), medindo 2,5 x 2,5 x 30,0 mm, de acordo com as instruções do fabricante. Em seguida, foram armazenadas em água destilada ou ar a 37° C. A resistência à fratura foi avaliada em seu respectivo meio de armazenagem após períodos de 0, 6 e 12 meses através de um teste de flexão de 4 pontos. Os resultados foram submetidos à análise de variância e ao teste de Student-Newman Keuls e ao teste de Weibull. Houve diferença

significante entre os espécimes armazenados em água ($96,94 \pm 15,04$ MPa) e ar ($108,50 \pm 16,11$ MPa), não havendo porém diferença significativa entre os diferentes períodos de armazenagem. Os resultados indicaram que água destilada teve um efeito deletério significativo sobre a resistência à fratura.

QUINN & MORRELL²⁴, em 1991, em uma revisão sobre os testes flexurais, em particular os uniaxiais, discutiram os fatores que controlam a resistência de materiais cerâmicos, bem como as limitações de tais testes. Afirmam que os materiais friáveis apresentam tipicamente deformação plástica insignificante antes da falha, e isto deve-se a propagação de microdefeitos, quando submetidos a elevados níveis de tensão. E por serem muito pequenos, estes defeitos nas cerâmicas são difíceis tanto de identificar quanto de controlar; podendo nem estar presentes em dimensões críticas, em materiais não submetidos à tensão, mas podendo desenvolver-se subcriticamente até que ocorra fratura do material quando da aplicação de carga. Por isso a técnica de confecção de amostras para testes de flexão deve seguir um método padronizado e confiável e ser capaz de produzir amostras representativas do material quando em função. Sendo assim a amostra deve apresentar tamanho, estado de tensão e distribuição de defeitos semelhante àqueles do componente em uso. Sugerem o uso da teoria estatística de Weibull para análise dos resultados obtidos com o teste flexural em cerâmica. O modelo de Weibull assume que existe uma resistência local associada a cada elemento em um corpo, sendo, assim um modelo versátil que pode permitir a análise de materiais com variações nos seus valores de resistência. Uma vez que, não leva em consideração os aspectos micromecânicos específicos dos defeitos ou sua extensão.

NICHOLSON *et al*²³, em 1992, avaliaram a resistência de dois cimentos comerciais de ionômero de vidro fotopolimerizáveis, Vitrebon e XR-Ionomer, após

diferentes períodos de armazenagem em ar ou em água. As amostras foram confeccionadas de acordo com a especificação britânica, utilizando uma matriz que permitia a polimerização de camadas de 2 mm de espessura por vez, produzindo ao final amostras medindo 12 mm de altura por 6 mm de diâmetro. Foram confeccionadas 6 amostras para cada grupo experimental. Os corpos-de-prova eram armazenados por 1 hora a 37° C e após decorrido este tempo, eram pesados e suas dimensões medidas usando-se um micrômetro. Os corpos-de-prova eram então armazenados em ar ou água a 37° C. Após períodos de 1 dia, 7 dias ou 90 dias, os corpos-de-prova eram novamente pesados e medidos. A resistência à compressão foi medida utilizando-se uma máquina de teste universal Instron 1185, e uma velocidade de 1 mm/min. Após a análise estatística dos resultados pôde-se concluir que a resistência à compressão sofreu diminuição estatisticamente significativa com o aumento no tempo de armazenagem em água. Além disso, as amostras armazenadas em água apresentaram valores estatisticamente menores em relação às armazenadas em ar. Segundo os autores, na armazenagem em água, esta claramente penetrou as amostras em quantidades consideráveis, agindo como plastificante, o que justifica a diferença observada no modo de falha. Concluem que este comportamento deve-se principalmente à presença de grupos funcionais fortemente hidrófilos na matriz polimérica com poucas ligações cruzadas formadas pela polimerização fotoquímica. Observações indicaram que as amostras armazenadas em água comportaram-se como materiais plásticos, enquanto aquelas armazenadas em ar comportaram-se como materiais frágeis.

ROSENSTIEL *et al*²⁹, em 1993, desenvolveram um estudo *in vitro*, com o objetivo de determinar se tratamentos de superfície e coberturas com cimentos da superfície de início de fratura afetariam as tensões de fratura de discos cerâmicos.

Evidências clínicas sugerem que o uso de um agente de cimentação resinoso diminui a incidência de fratura em restaurações cerâmicas. Dentre os mecanismos que poderiam explicar esse aumento da resistência, os autores citam: (1) tensões compressivas residuais no vidro durante a polimerização da resina; (2) alteração do tamanho e forma das falhas superficiais através do condicionamento ácido; (3) diminuição da tensão de corrosão da cerâmica atribuída à cobertura resinosa. Quarenta e seis discos cerâmicos (Dicor – Denstply) foram confeccionados de maneira semelhante aos métodos de confecção laboratorial para este material, de acordo com as instruções do fabricante. Sendo posteriormente divididos em 5 grupos, recebendo diferentes tratamentos de superfície, a saber: Grupo A foi testado como processado; no Grupo B os discos receberam uma fina camada de cimento de ionômero de vidro; nos Grupos C, D e E foram condicionados por 1 minuto com gel de bifluoreto de amônio e lavados por 30 seg. Os grupos D e E foram cobertos com silano e em seguida receberam uma fina camada (média de 16 µm de espessura) de cimento resinoso. O Grupo E foi armazenado em água destilada por 5 dias, com a finalidade de permitir relaxamento de tensões geradas durante a polimerização do cimento resinoso. Em seguida, os discos foram submetidos ao teste de flexão biaxial, a uma velocidade de 2 mm/min usando uma máquina de teste universal Instron, com a amostra apoiada em um suporte com esferas, de tal forma que a superfície tratada estivesse sob tração. As médias de cada um dos 5 grupos foram calculadas e as diferenças entre os grupos foram testadas para significância estatística através de análise de variância e teste de variação múltipla de Tukey. Valores individuais por amostra de cada grupo foram classificadas quanto à probabilidade de falha através da análise estatística de Weibull. Os resultados mostraram que o condicionamento sozinho reduziu a resistência, porém não de forma significativa. As amostras cobertas

com cimento resinoso apresentaram tensões de fratura significativamente maiores que as amostras que não receberam tal cobertura. Este efeito não foi reduzido com a curta armazenagem em água. Os autores concluem que o aumento de resistência observado com a cobertura de cimento resinoso deve-se provavelmente a algum tipo de união dos bordos das falhas, acarretada pelas moléculas de silano penetrando a falha ou devido à forte união da resina à superfície da porcelana, não permitindo assim, a propagação livre da fratura.

Em 1994, HAMMESFAHR¹³, comparou as características químicas e propriedades dos diferentes sistemas híbridos de ionômero de vidro e resina composta. O autor descreveu quatro categorias distintas destes sistemas híbridos: (a) material contendo monômero polimerizável em substituição ao ácido polialcenóico; (b) monômero polimerizável em adição ao ácido polialcenóico; (c) ácidos polialcenóicos polimerizáveis e; (d) monômeros ácidos. Quanto ao primeiro afirma que uma vez que esta substituição elimina dois ingredientes necessários para que haja a reação ácido/base, ou seja a água e o ácido, estes materiais são mais propriamente descritos como resinas compostas tradicionais. Embora este material contenha a carga de ionômero de vidro, e porque a carga não tem a habilidade de reagir com o ácido, e devido a natureza hidrófoba da resina, poucas propriedades inerentes ao ionômero de vidro persistem. Sendo assim a única reação que ocorre é a polimerização de radicais livres dos grupos metacrilatos.

Em 1994, KERN *et al*¹⁷ avaliaram a influência da armazenagem em água e termociclagem na resistência à fratura de próteses parciais em porcelana pura fixadas com cimento resinoso, confeccionadas com a porcelana alumínica infiltrada In-Ceram. Quarenta infra-estruturas de In-Ceram cobertas com Vitadur-N, foram confeccionadas para substituir um incisivo central superior em um modelo com dentes naturais hígidos.

Um incisivo lateral e um incisivo central foram montados em cada modelo. Em vinte restaurações o pântico foi coberto apenas vestibularmente com a porcelana Vitadur-N e não foram preparadas caixas proximais. Nas outras vinte restaurações, caixas proximais foram preparadas próximo ao pântico e a infra-estrutura em In-Ceram foi levada até a extensão labial do preparo e, coberta circunferencialmente com a porcelana Vitadur-N. As superfícies que não receberam “glaze” foram condicionadas e cobertas com silano, e foram cimentadas com o cimento resinoso Panavia-TC. Subgrupos de 10 restaurações foram armazenados por 7 dias em solução de timol ou por 150 dias em saliva artificial e submetidas a 18.750 ciclos térmicos entre 5° e 55° C. Posteriormente cada restauração foi testada em uma máquina de teste universal Zwick 1445, com a carga incidindo paralelamente ao longo eixo das restaurações até que ocorresse a fratura. As restaurações com as caixas proximais apresentaram resistência à fratura estatisticamente superior em relação àquelas sem as caixas proximais. A armazenagem em saliva artificial com termociclagem reduziu significativamente a resistência à fratura das restaurações em porcelana pura. Todas as falhas foram coesivas e ocorreram entre o pântico e as asas do retentor.

THOMPSON *et al*³³, em 1994, desenvolveram um trabalho com o objetivo de estabelecer um protocolo para análise de restaurações fraturadas, e comparar as características superficiais de restaurações que falharam clinicamente com aquelas de amostras laboratoriais confeccionadas com o mesmo material. Foram analisadas 9 coroas totais confeccionadas em Dicor e 9 coroas em Cerestore. Foram confeccionados 12 discos de cada material, como controle, e submetidos ao teste de flexão biaxial. A observação das coroas de Dicor indicou que o início da fratura ocorreu ao longo da face interna da restauração. Porém não foi possível a determinação de um local específico de

início de fratura para as coroas em Cerestore. Os autores concluíram que o sítio inicial da fratura de porcelanas odontológicas são controlados primariamente pela localização e tamanho da falha crítica inicial, e não pela espessura dos espécimes. As análises ao microscópio óptico e eletrônico de varredura, forneceram informação essencial sobre a origem e magnitude das tensões de fratura.

Van NOORT³⁵, em 1994, discute a inter-relação entre microestrutura e propriedades dos materiais dentários e sua performance clínica. Segundo o autor, para análise de materiais friáveis os testes mais comumente usados, que são os de compressão e de tração diametral, não proporcionam informações adequadas que possam ser aplicadas às estruturas clínicas. Porque ambos testes produzem uma distribuição complexa de tensões na amostra, que pode ser uma combinação de compressão, tração e cisalhamento. Por isso, afirma que os testes de flexão uniaxial e biaxial, são mais apropriados por proporcionarem informações sobre a resistência à tração destes materiais, já que a maioria dos materiais falha mais provavelmente em tração, mesmo que o caráter do carregamento seja compressivo. Critica a visão comum de que um material determinado para restauração de um tecido dental perdido tenha que apresentar as mesmas propriedades, ou ao menos semelhantes, do tecido a ser substituído. Cita como exemplo o esmalte dental, afirmando que é impossível dissociar o seu comportamento mecânico da sua unidade estrutural, visto que uma importante característica do esmalte é sua forte união à dentina subjacente. Outro fator considerado é que o esmalte apresenta características anisotrópicas com a direção de distribuição de forças sendo perpendicular à superfície, seguindo o alinhamento dos prismas. Sendo assim, o autor considera que para um material restaurador apresentar um bom desempenho em função, este deve imitar as características funcionais quando utilizado

como parte de uma unidade estrutural. Sugere que o sucesso no uso de porcelana pura em restaurações, deve-se em grande parte a qualidade da união à estrutura dental que pode ser alcançada, já que as falhas superficiais iniciadoras de fratura seriam assim eliminadas.

Em 1995, ATTIN *et al* ², realizaram um estudo com o objetivo de avaliar a contração inicial e alterações dimensionais, após armazenagem em água, de seis cimentos de ionômero de vidro modificados por resina, um cimento de ionômero de vidro convencional e uma resina composta. A contração de polimerização foi determinada 5 min e 24 h após a mistura e polimerização. As alterações dimensionais foram examinadas após 14 dias e 28 dias de armazenagem em água. Os resultados mostraram que a alteração dimensional da maioria dos cimentos de ionômero de vidro modificados foi maior que da resina composta e do cimento de ionômero de vidro convencional. Após o período de 28 dias de armazenagem em água, os cimentos modificados por resina mostraram expansão volumétrica, enquanto o cimento convencional mostrou diminuição volumétrica. Todos os cimentos de ionômero de vidro examinados apresentaram um volume total de água superior em relação à resina composta.

BURKE ⁵, em 1995, investigou a resistência de coroas totais de porcelana pura fixadas em pré-molares superiores extraídos. Foram testados diferentes procedimentos de cimentação: Grupo 1 – condicionamento e aplicação de silano na superfície interna da porcelana, cimentação com cimento resinoso; Grupo 2 – sem condicionamento ou silanização, fixação com cimento resinoso; Grupo 3 – condicionamento e aplicação de silano, cimento resinoso; Grupo 4 - cimento de fosfato

de zinco, sem condicionamento ou aplicação de silano. Às coroas foi aplicada força compressiva a uma velocidade de 1 mm/min em uma máquina de teste universal, até que ocorresse a fratura. Os resultados foram submetidos à análise de variância e ao teste de Tukey. A análise dos resultados indicou resistência à fratura superior, quando o uso de adesivos dentinários foi incorporado ao procedimento de cimentação juntamente com o condicionamento da porcelana e o uso de cimentos resinosos. A resistência à fratura de amostras fixadas com tal procedimento foi significativamente maior que de amostras onde foi utilizado o cimento de fosfato de zinco.

KELLY¹⁴, em 1995, avaliou os métodos de determinação dos valores de resistência de materiais frágeis usados como indicadores de sua performance clínica. Afirma que a resistência não é uma propriedade inerente ao material, estando ao contrário na dependência do conhecimento da microestrutura do material, história do processamento, metodologia de teste, meio de armazenagem e mecanismos de fratura envolvidos. Esta afirmação decorre das observações de Griffith, de que a resistência de materiais frágeis é sensível a falhas microscópicas existentes no material. A propagação destas falhas ocorre quando a energia elástica armazenada (energia mecânica) liberada durante a extensão excede a energia requerida para formar novas superfícies (energia de superfície). Sendo assim, qualquer etapa da fabricação que afete o tamanho, orientação ou distribuição de falhas irá afetar os valores de resistência de um material frágil. Desta forma para que o teste seja relevante, os corpos-de-prova devem apresentar o mesmo tipo e distribuição de falhas, iguais àsquelas apresentadas pela estrutura padrão em função. Procedimentos de desgaste, acabamento e abrasão com óxido, como aqueles utilizados para confecção de restaurações em porcelana, podem determinar o tamanho e o número de falhas superficiais extrínsecas, proporcionando

uma variedade de “resistências”. Segundo o autor, uma extrapolação adequada dos dados de resistência para prever o comportamento de estruturas clínicas, requer que: (1) as falhas críticas nos corpos-de-prova devem ser as mesmas que aquelas envolvidas com a falha clínica; (2) as influências ambientais sejam replicadas no laboratório; (3) os parâmetros de falha que descrevem a distribuição e tamanho das falhas e taxas de desenvolvimento de fratura sejam conhecidos; e (4) que as distribuições de tensão na estrutura clínica sejam bem caracterizadas. Algum grau de crescimento químico assistido de fraturas deve ser também incluído como parte de qualquer teste de resistência conservativa ou estrutural. Uma vez que, a água está obviamente disponível a todas as superfícies externas da restauração expostas à saliva, bem como a dentina vital, microinfiltração, e difusão através dos cimentos dentais são também fontes de água para as superfícies internas da porcelana.

Ainda em 1995, KELLY *et al*¹⁵, realizaram um estudo com o objetivo de comparar o tipo de falha que ocorria em próteses fixas de cerâmica pura *in vitro* e *in vivo*. Utilizaram para isto, 20 próteses fixas de cerâmica pura de 3 elementos testadas laboratorialmente, e 9 que haviam falhado *in vivo*. Citam estudos fractográficos que mostraram que a falha de próteses unitárias iniciava na superfície interna, ou superfície de cimentação, o que segundo os autores demonstra que esta região é um local de elevada concentração de tensão de tração e/ou dano acumulado durante o carregamento mecânico. Após análise fractográfica das próteses que falharam *in vitro* e *in vivo*, aliado à análise matemática, puderam observar que as falhas originavam da superfície externa do conector ou da região da interface entre porcelana de corpo e a porcelana de cobertura, no conector. Determinando que a porcelana de cobertura controla em grande parte a capacidade de suportar carga mecânica. Concluem que as

observações de restaurações que falharam clinicamente, validaram o teste laboratorial e o modelo matemático de falha utilizado, a análise de Weibull.

MECHOLSKY¹⁹ em 1995a, descreve as equações mais utilizadas dos mecanismos de fratura, a serem usadas na análise de falha de materiais odontológicos. Define importantes propriedades como tenacidade e resistência. A tenacidade é definida como a resistência de um material à propagação rápida de rachadura e pode ser caracterizada pelo parâmetro K_{Ic} . Em contraste, a resistência de um material é dependente do tamanho da rachadura inicial presente em uma amostra em particular. Explica que o carregamento mecânico complexo em rachaduras pré-existentes pode ocorrer de três modos: Modo I – tensão por tração; Modo II – tensão no plano, cisalhamento; Modo III – tensão fora do plano, torção. Afirma que a maioria dos materiais frágeis falham no modo I, ou seja, em tração.

Ainda em 1995b, MECHOLSKY²⁰ descreve a aplicação da análise quantitativa de fratura na determinação do sítio ou defeito inicial de fratura, da tensão que ocasionou a falha, da existência ou não de tensão de corrosão. Segundo o autor, uma grande vantagem deste tipo de análise deve-se à disponibilidade das amostras após execução de testes de resistência, a análise das superfícies fraturadas auxilia assim, na compreensão do tipo de falha e da causa da fratura. Distingue três regiões características ao redor do sítio inicial de fratura, nas superfícies fraturadas de materiais frágeis: a primeira região, é geralmente plana e lisa (espelho), a segunda é levemente riscada (névoa), e a terceira é uma região bastante áspera (crina). Esta última região conduz à ramificação da rachadura macroscópica, isto é, a bifurcação da rachadura inicial. Afirma que tensões residuais devido a tratamentos térmicos ou químicos

influenciam na formação dos espelhos de fratura. Tensões de compressão podem também afetar a direção de propagação de uma rachadura. Em uma amostra sujeita a teste de flexão, a rachadura desvia à medida que esta atinge a região compressiva da amostra. A forma da região do espelho é também indicativa do tipo de tensão gerada na fratura. Descreve ainda a preparação das amostras e métodos de observação para análise das superfícies fraturadas.

RITTER²⁶, em 1995a, discute os parâmetros para análise da “confiabilidade” mecânica de materiais frágeis sob tensão de tração. Materiais cerâmicos contêm um grande número de “rachaduras” pré-existent, que são formadas durante a densificação incompleta que deixa poros angulares ou devido a diferenças na expansão térmica ou módulos entre os grãos ou ainda, devido a inclusão de partículas, além de se formarem na superfície das porcelanas através da abrasão ou por corrosão (geralmente ação da água). Desta forma o autor afirma que a variabilidade dos valores de resistência é uma consequência da distribuição dos diferentes tamanhos de rachaduras, e do caráter tempo-dependente do crescimento destas falhas a dimensões críticas, que levam a fratura do material em uso. Coloca a distribuição estatística de Weibull como de escolha para lidar com resultados de resistência à fratura. E explica o mecanismo de crescimento lento de fraturas em meio aquoso. “O crescimento lento de fratura ocorre a partir de uma interação química dependente da tensão, à qual o material é submetido, entre a porcelana e seu meio, usualmente água. Ao alcançar a extremidade interna de uma rachadura sob tensão, uma molécula de água reage quimicamente com moléculas do material para formar um hidróxido, quebrando assim, as ligações do tipo M-O-M da porcelana. Quando a fratura se propaga até uma extensão crítica para falha do material a uma dada tensão, a amostra falhará catastróficamente”. Assim sendo, conclui por dizer

que uma análise adequada da confiabilidade mecânica de materiais cerâmicos deve levar em consideração tanto a variabilidade quanto a dependência do tempo e meio sobre sua resistência.

Ainda em 1995b, RITTER²⁷, critica os métodos de teste para previsão da vida útil de materiais cerâmicos. Afirma que a previsão de falha para cerâmicas depende dos parâmetros experimentais que medem a distribuição da resistência pelo teste Weibull (m e σ_0) e do parâmetro de crescimento de fratura (n), que está em função do tempo. Para que o teste de resistência reflita com precisão a variabilidade e o caráter tempo-dependente do componente cerâmico em uso, sugere que o meio de teste seja o mesmo que aquele no qual o material estará quando em função; e que a população de falhas que determinam em última análise a resistência do material, deve ser a mesma responsável pela falha deste em função. Segundo o autor, o teste de flexão biaxial apresenta inúmeras vantagens sobre os demais testes de tração, a saber: (1) por não haver geração de tensão nos bordos da amostra, defeitos aí presentes não afetam a obtenção dos valores de resistência; (2) a tensão do tipo biaxial é comumente encontrada quando o material está em serviço; (3) as amostras em forma de disco são de fácil fabricação e; (4) amostras levemente empenadas podem ser testadas porque o suporte esférico permite a rotação livre das esferas e sua acomodação durante o teste. Avaliou ainda a análise estatística de Weibull, considerando-a o melhor procedimento na avaliação dos resultados de resistência de materiais frágeis.

ROULET *et al*³¹, em 1995, testaram a hipótese de que combinações de tratamentos superficiais afetariam a resistência de união ao cisalhamento da interface cerâmica/compósito de "inlays" cerâmicos, e identificaram as variáveis que teriam o

maior impacto na resistência. Foram avaliadas as influências da composição do material, do método de asperização da superfície, tratamento com silano e secagem deste com calor, e condições de armazenagem na resistência de união. Foram utilizadas três porcelanas (Dicor, Mirage, e Vitabloc), três métodos de asperização de superfície (condicionamento, jato de areia, desgaste), três tratamentos com silano, dois tratamentos com calor (20° C por 60 seg, 100° C por 60 seg), e duas condições de armazenagem (24 horas em ar, um ano em água a 37° C). Para cada uma das 108 combinações, cinco amostras foram testadas. Cilindros de porcelana foram tratados de acordo com o grupo ao qual pertencessem e unidos a blocos do mesmo material cerâmico com uma resina de dupla polimerização. A resistência de união ao cisalhamento foi determinada, e os fatores experimentais foram avaliados através de análise de variância. Os resultados mostraram que o método de asperização de superfície teve o efeito mais significativo sobre a resistência de união, enquanto que o tipo de porcelana apresentou o menor. Dentre os métodos de asperização da superfície, o condicionamento foi associado aos maiores valores de resistência de união. A resistência de união permaneceu constante após a armazenagem em água, para amostras condicionadas, enquanto que amostras jateadas ou desgastadas tiveram seus valores de resistência diminuídos de 50 a 75%, comparados com a armazenagem em ar. Concluem que o efeito da textura superficial na resistência à fratura sugere que a retenção mecânica, devido à infiltração da resina no interior das cavidades superficiais microscópicas, seja um fator determinante no procedimento de união de materiais cerâmicos.

THONEMANN *et al* ³⁴, em 1995, compararam *in vitro* a integridade marginal de “inlays” cerâmicos unidos à dentina com restaurações confeccionadas em cavidades

com as margens localizadas completamente em esmalte. Cavidades classe II foram preparadas em 42 molares humanos. Trinta e seis destas cavidades foram estendidas 0,5 – 1,0 mm abaixo da junção amelo-dentinária; e seis permaneceram com as margens em esmalte (Grupo A). As cavidades foram restauradas com “inlays” Cerec (Vita Cerec), confeccionados de acordo com as instruções do fabricante. Os dentes foram divididos em 7 grupos de 6 cada, de acordo com o cimento utilizado para fixação das restaurações, da seguinte forma: Grupo A – cimento resinoso convencional (restaurações em esmalte); Grupo B – combinação sistema adesivo dentinário/cimento resinoso; Grupo C, D, E, F e G – cimentos de ionômero de vidro modificados. Os corpos-de-prova foram armazenados em solução salina por 24 horas e depois submetidos à termociclagem (5° C/ 55° C; 5000 ciclos, 60 seg cada) e carregamento mecânico (72,5N; 500.000 ciclos) simultaneamente. Foram obtidas réplicas em resina epóxica antes e após o carregamento termomecânico, para posterior análise da integridade marginal ao microscópio eletrônico de varredura. A microinfiltração foi avaliada através da penetração de corante. Certos cimentos de ionômero de vidro modificados, usados como agentes cimentantes apresentaram uma adaptação marginal comparável àquela conseguida com adesivo/cimento resinoso em restaurações com margens em esmalte. Afirmam que devido às suas características adesivas e simplificação dos procedimentos de cimentação estes materiais poderão ser uma alternativa aos cimentos resinosos quando as margens da cavidade estiverem localizadas em dentina.

BURGESS *et al* ⁴, em 1996, realizaram uma revisão sobre os materiais restauradores diretos, enfatizando o papel dos materiais estéticos que liberam flúor. Segundo os autores o desempenho clínico da resina composta como material restaurador, evoluiu muito nas últimas décadas devido a melhorias realizadas na

estabilidade de cor, resistência ao desgaste, resistência mecânica, radiopacidade e porcentagem de conversão monomérica. Outra tentativa de melhoria foi a incorporação de flúor como agente radiopacificador ou pela adição deste na matriz resinosa. Nestes materiais resinosos, o flúor é liberado através de uma difusão iônica através da resina. Porém a liberação de flúor destas resinas é bastante inferior à necessária para produzir remineralização *in vivo*, principalmente nas regiões de dentina e cemento da superfície radicular. Os materiais ionoméricos modificados por resina surgiram como alternativa aos cimentos de ionômero de vidro convencionais, e apresentam as vantagens de serem mais estéticos que estes últimos. Os materiais ionoméricos modificados por resina combinam as reações de presa do vidro ionomérico com a da resina composta. Mais recentemente surgiram os materiais resinosos modificados por poliácidos, que são descritos primariamente como resinas compostas fotopolimerizáveis que liberam baixas quantidades de flúor. Em um destes materiais, o Dyract, o monômero foi modificado com a adição de monômeros hidrófilos, o produto da reação do ácido butano tetracarboxílico e HEMA, para formar a resina TCB, com dois grupos metacrilatos e dois grupos carboxílicos. A provável fonte de flúor é a carga destes materiais. Os autores concluem que devido a baixa liberação de flúor destes materiais e a sua baixa resistência mecânica e ao desgaste, as resinas modificadas por poliácidos apresentam indicação muito limitada. Recomendam portanto, a utilização combinada dos ionômeros modificados por resina e da resina composta quando da necessidade de combinação de resistência e controle de cáries recorrentes em pacientes de alto risco de cáries.

Em 1996, EIKENBERG & SHURTLEFF¹⁰ avaliaram o efeito da hidratação na resistência de união de compósitos a porcelana após sete meses. Foram testadas três resinas compostas para reparo de porcelana associadas à aplicação de silano. Três

grupos de 25 amostras cada, foram armazenados em solução salina a 37° C por 7 meses; enquanto que outros três grupos de 25 amostras foram mantidos em umidade ambiente a 37° C pelo mesmo período. Após armazenagem todos os grupos foram termociclados 500 vezes entre temperaturas de 5 e 55° C. A resistência de união ao cisalhamento foi testada utilizando-se uma máquina de teste universal Instron, a uma velocidade de 1 mm/min. Os resultados foram analisados através de análise de variância e do teste *t* de "Student". As amostras armazenadas em solução salina, apresentaram redução significativa na resistência de união em comparação àquelas armazenadas em ar, independente do material empregado.

Em 1996, GRIGGS *et al* ¹¹ realizaram um estudo com o objetivo de determinar se a queima após procedimentos de desgaste devido a ajuste de superfícies de restaurações de porcelana, aumenta a resistência de porcelanas odontológicas e determinar se a efetividade deste tratamento era dependente do tamanho inicial da falha. Foram confeccionadas 72 amostras de porcelana experimental de corpo (Jelenko Co), divididas em 6 grupos de 12 amostras cada. A porcelana foi condensada em moldes medindo 1,8 mm de espessura e 14,5 mm de diâmetro interno. As amostras foram sinterizadas sob vácuo e, desgastadas em cerca de 1,0 mm com papel abrasivo de granulação 240 em uma politriz, e polidas com abrasivo de granulação 600 na face que seria submetida a tensão de tração. O Grupo controle (Grupo A) consistiu de 12 amostras sem a indução de falha. Foram induzidas falhas por meio da ponta Vickers de um microdurômetro com as seguintes cargas: 3,9N (Grupo B); 7,8 N (Grupo C); 11,8N (Grupo D); 15,6N (Grupo E); e 19,6N (Grupo F). Em seguida, metade das amostras de cada grupo foram sinterizadas novamente. A resistência à tração de cada amostra foi determinada através de um teste biaxial com suporte de três esferas. Após análise

estatística dos resultados, observou-se uma diferença significativa dos valores médios entre as amostras que receberam “glaze” e aquelas que não receberam este tratamento do Grupo E somente. Os resultados sugeriram que não houve aumento na resistência resultante de nova queima após ajuste oclusal de próteses de porcelana. Descreve como o desgaste superficial da porcelana pode aumentar a sua resistência pela indução de tensões compressivas.

KELLY *et al* ¹⁶, em 1996, realizaram um breve histórico da evolução das porcelanas odontológicas, e uma revisão de suas propriedades e desempenho clínico. Analisando a falha clínica de restaurações de porcelana pura, afirmam que a maioria destas falhas iniciam-se a partir da superfície interna da restauração, ou seja, a superfície submetida a maior incidência de tensões de tração, bem como de falhas subsuperficiais. O condicionamento ácido desta superfície, juntamente com a aplicação de material resinoso, aumentou significativamente a resistência das estruturas cerâmicas. Segundo os autores este reforço pode ser acarretado pela eliminação das falhas, união de seus bordos, ou ainda reduzindo a habilidade da água de ser transportada para o interior destas falhas, diminuindo assim, a tensão corrosiva do meio. Concluem que o procedimento de condicionamento e aplicação de cimento resinoso pode diminuir substancialmente a susceptibilidade à falha de restaurações de porcelana pura.

MOLIN *et al* ²¹, em 1996, avaliaram a influência de diferentes espessuras de película de agentes cimentantes resinosos na resistência à flexão da união na interface cerâmica/resina. Com esta finalidade, foram confeccionados 160 blocos de porcelana (Vita Cerec e Mirage Porcelain) medindo 6 x 8 x 2 mm, os quais foram unidos por seus respectivos cimentos resinosos: Mirage FLC e Vita Cerec Duo Cement, com diferentes

espessuras de película: 20 µm, 50 µm, 100 µm e 200 µm. Foram utilizados 10 corpos-de-prova por combinação cerâmica/espessura de película. Após a união das amostras, os corpos-de-prova foram armazenados por 24 h a 37° C. Os corpos-de-prova foram posicionados em um "jig" de flexão de 4 pontos, o qual estava fixado em uma máquina de teste universal Instron. Uma força axial foi então aplicada a uma velocidade de 1 mm/min. Os resultados indicaram que uma espessura de película variando de 50 a 100 µm proporciona maiores valores de resistência de união. As fraturas iniciaram no local de maior tensão de tração, ou seja, a face convexa da amostra, o que indica que a estrutura física e química da camada de cimento é decisiva na determinação dos valores de resistência. Ocorreram predominantemente fraturas adesivas iniciando na interface cerâmica/resina. Segundo os autores, a presença de ar no interior da camada de cimento, incorporado no ato da mistura do cimento dual, ou no interior dos poros criados na porcelana durante o seu condicionamento ácido, influencia o grau de conversão monomérica, sendo esta influência muito maior em uma fina camada de cimento, se comparada a uma camada mais espessa. Além destes fatores a incorporação de porosidades nas resinas compostas reduz a tensão de contração gerada durante a polimerização, como consequência de um aumento na área livre no interior do material. E como a porosidade tende a ser maior em camadas mais espessas, a tensão e a deformação geradas seriam mais uniformemente distribuídas nestas.

WAGNER & CHU³⁶, em 1996, testaram três materiais cerâmicos quanto a resistência à tração e à fratura por penetração, através do teste de flexão biaxial e do teste de tenacidade através de fratura por penetração, respectivamente. O teste de flexão biaxial foi escolhido por eliminar os efeitos de bordo das amostras, proporcionando por isso, menor variação de resultados. Este foi conduzido de acordo

com a especificação ISO 6872. Foram confeccionadas dez amostras de cada material (Empress, In-Ceram, e Procera All-Ceram), medindo 2 mm de espessura e 16 mm de diâmetro, de acordo com as recomendações do fabricante. O teste de tenacidade foi realizado com a aplicação de cargas que variaram de 9,8 a 196 N, através de um penetrômetro Vickers adaptado a uma máquina de ensaio de dureza Tukon. Foram realizadas dez leituras para cada material, e os valores foram submetidos a fórmulas matemáticas para obtenção da resistência à fratura por penetração. Os resultados foram submetidos a análise de variância, ao teste de Scheffé, além da distribuição de Weibull, que caracteriza a variabilidade da resistência dos materiais testados, através da determinação do módulo de Weibull. Todos os materiais testados apresentaram resistência à tração e à fratura por penetração maiores que os valores padrão para porcelanas feldspática usadas para confecção de coroas totais. As médias de resistência à tração de All Ceram, In Ceram e Empress foram 687 MPa, 352 MPa, e 134 MPa, respectivamente. Não houve diferença estatística, quanto à tenacidade entre All Ceram e In Ceram, porém ambos materiais apresentaram tenacidade significativamente maior em relação ao Empress. Embora In Ceram tenha mostrado menores valores de resistência à tração, sua resistência à fratura por penetração foi igual a do material All Ceram. Segundo os autores isto deve-se provavelmente a presença de um segunda fase no material In Ceram, que apresenta uma estrutura distinta de duas fases, sendo uma matriz vítrea e uma segunda fase de alumina. Um maior valor de tenacidade à fratura ocorre freqüentemente em materiais de duas fases, provavelmente porque a segunda fase dificulta a propagação de fraturas, contribuindo assim, para maior tenacidade do material.

CARVALHO⁶ em 1997, desenvolveu um trabalho com o objetivo de avaliar a resistência à tração da porcelana sob influência de materiais cimentantes. Para isto, foram confeccionados 48 discos cerâmicos, divididos em 6 grupos da seguinte forma: A – amostras sem tratamento de superfície ou aplicação de material cimentante, B – a superfície da amostra que não recebeu “glaze” foi condicionada com ácido fluorídrico a 10% por 4 minutos, C – procedimento similar ao do grupo B, seguido da aplicação de silano, adesivo e do cimento resinoso Choice (Bisco), D – procedimento similar ao do grupo C, porém com aplicação do cimento resinoso Scotchbond (3M), E – superfície não condicionada e utilização de cimento de fosfato de zinco (SS White), F - superfície não condicionada e aplicação do material Vitremer para cimentação (3M). Os corpos-de-prova foram armazenados por 24 horas a 37° C e 100 % de U.R. E em seguida submetidos ao teste de flexão biaxial a uma velocidade de 2 mm/min, em uma máquina de ensaio MTS. Os valores médios de resistência à fratura foram: Grupo A: 13,20 MPa, B: 10,19 MPa, Grupo C: 178,26 MPa, D: 154,96 MPa, E: 125,59 MPa, F: 128,13 MPa. A resistência à tração da porcelana variou de acordo com o material cimentante e foi maior quando utilizada a associação condicionamento ácido/sistema adesivo/cimento resinoso.

CATTEL *et al*⁷, em 1997, testaram quatro porcelanas comerciais usadas na fabricação de coroas, facetas e restaurações tipo “inlay”, através do teste de flexão biaxial e análise estatística de Weibull. Justificam a escolha do teste de flexão biaxial em razão da geração de tensão máxima na área central de carregamento, eliminação dos efeitos de bordo e, o uso de amostras em forma de discos, o que representa uma proporção superfície/volume mais próxima àquela das restaurações dentais, sendo assim minimizados os efeitos da geometria da amostra nos valores de resistência. Amostras em forma de disco foram preparadas através da compressão do pó de

porcelana misturada ao líquido modelador para todos os materiais obtidos pela técnica convencional (Cerinate, Corum, Vita Alpha), em um molde de aço de 16 mm de diâmetro por 50 mm de profundidade. Após a compressão as amostras eram removidas do molde e transferidas para um forno de porcelana e sinterizadas de acordo com as instruções dos respectivos fabricantes. As amostras de Empress foram obtidas incluindo discos de Perspex em revestimento. Após a queima para esvaziamento do molde, foi injetado o material cerâmico, em seguida este foi removido do revestimento. Vinte amostras de cada material foram desgastadas sob refrigeração com lixa d'água de granulação 120, 240, 320, 600 e 800. Foram confeccionadas 20 amostras por grupo, para a obtenção de valores confiáveis do módulo de Weibull, uma vez que é recomendado o uso de 20 a 30 amostras por grupo para execução do teste de flexão biaxial. As amostras foram limpas e receberam uma camada de "glaze" artificial, segundo instruções dos respectivos fabricantes. As dimensões finais das amostras eram de aproximadamente 14 mm de diâmetro por 2 mm de profundidade. O teste de flexão biaxial foi conduzido de acordo com a ASTM F394-78 em uma máquina de teste universal J.J. Lloyd M30 K, a uma velocidade de 0,15 mm/min, com uma célula de carga de 500 N. Após o teste os resultados foram submetidos a fórmulas matemáticas para cálculo da resistência a flexão. E posteriormente os dados foram usados na determinação do módulo de Weibull e dos níveis de resistência em 1 e 5% de probabilidade de falha. Os valores de resistência à tração para Empress, Cerinate e Corum não diferiram estatisticamente entre si, mas diferiram daqueles da porcelana Alpha. Embora os valores de resistência à flexão biaxial para porcelana Cerinate tenham sido estatisticamente semelhante àqueles dos materiais citados e superior à porcelana Alpha, e o seu módulo de Weibull (valor m)

foi superior àqueles dos demais materiais, sugerindo que este material é mais confiável no que diz respeito a longevidade.

Em 1997, ROSENBLUM & SCHULMAN²⁸, tendo em vista a crescente popularidade de restaurações em porcelana pura, desenvolveram um artigo que propõe discutir as características de resistência, abrasividade, além das técnicas de processamento de sistemas de porcelana pura. Segundo os autores, esta popularidade deve-se principalmente à excelente estética da porcelana. E listam entre suas principais vantagens, suas propriedades ópticas, biocompatibilidade, estabilidade de cor, durabilidade e capacidade de ser condicionada para execução de procedimentos de adesão. Porém, quando em uso, esta classe de materiais apresenta duas grandes limitações: sua elevada friabilidade e seu potencial de causar abrasão na estrutura dental antagonista. Afirmam que os materiais cerâmicos apresentam baixa resistência à tração devido à presença de falhas subsuperficiais. Sugerem vários meios de aumentar a resistência da porcelana, através de alterações em sua composição. E baseado nesta diferença de composição, classificam os sistemas de porcelana pura atuais em cinco categorias: porcelanas convencionais, fundidas, torneadas, injetáveis sob pressão e infiltradas. Após apresentarem e compararem resultados de estudos *in vitro* e clínicos destes materiais, concluem que a escolha do material mais apropriado para uso depende da situação clínica em particular.

WHITE *et al*³⁷, em 1997, realizaram um estudo com o objetivo de determinar se a fadiga química estática e a fadiga mecânica eram fenômenos independentes, ou se interagiam criando um efeito maior que a pura adição de efeitos deletérios na resistência de porcelana feldspática. Segundo os autores a fadiga química ou corrosão ocorre porque as ligações de silicato na matriz da porcelana são susceptíveis à hidrólise através

da umidade do meio na presença de tensão mecânica. Todas as amostras foram confeccionadas em um ambiente seco inerte e em seguida, submetidos à fadiga mecânica através de carregamento mecânico cíclico e testados quanto à resistência, por meio de um teste de flexão biaxial em atmosfera de nitrogênio, ambiente ou em água. Os resultados foram submetidos a análise de variância de dois modos, uma análise simples de variância e ao teste "t". Os autores observaram que tanto a fadiga mecânica quanto a fadiga química reduziram significativamente a resistência à tração de porcelana feldspática, porém estes efeitos foram apenas somatórios, não interagindo para esta redução. Após análise visual das superfícies fatigadas, as amostras úmidas mostraram maior dano do que aquelas correspondentes que permaneceram a umidade ambiente. Concluem que estes dois tipos de fadiga devem ser utilizados, no futuro, em avaliações laboratoriais da resistência de porcelanas, porém como agem independentemente podem ser estudados separadamente.

GROBLER *et al*¹², em 1998, realizaram um estudo com o objetivo de determinar a liberação de flúor, *in vitro*, de materiais resinosos que liberam flúor. Os materiais testados foram os ionômeros de vidro modificados por resina: Fuji II LC, Vitremer, Advance, Enforce; a resina modificada por poliácido Dyract e; o agente adesivo Optibond. Todos os materiais foram preparados de acordo com as instruções dos respectivos fabricantes. Foram confeccionadas sete amostras para cada material, utilizando como matriz anéis de cobre com diâmetro interno de 16 mm por 2 mm de profundidade. Quando necessário, o material era fotopolimerizado por 60 seg em ambos os lados dos discos, seguido de mais 60 seg após remoção dos discos dos anéis. Para o material Optibond os discos foram preparados como descrito acima com a resina Z100 e, depois coberto com uma fina camada de Optibond e fotopolimerizado por 40 seg em

ambos os lados do disco. Os discos foram então imersos em água destilada e colocados em um agitador a 37° C por 24 h. Os discos eram mantidos suspensos por fios de algodão no interior do líquido. Em seguida, foram enxaguados com 10 ml de solução tampão, que foi posteriormente analisada para quantificação do flúor liberado. Os discos eram então, lavados com água destilada e novamente mantidos suspensos em água destilada. Este procedimento foi repetido a cada 24h por 9 dias e depois, por períodos crescentes de intervalo até o 300º dia. Podendo ser determinada desta forma, a liberação não cumulativa de flúor. A variação da quantidade de flúor liberado para cada material, em cada intervalo de tempo foi maior para o Vitremer, e o segundo maior foi o Fuji, sendo o Optibond o de menor liberação. Os autores descrevem o agente de cimentação Enforce como sendo um cimento de dupla polimerização contendo flúor, com grande quantidade de carga resinosa e de alta resistência. A resina é a base de BIS - GMA e a carga consiste de vidro de Bário com um componente de sílica fundida. O flúor é silanizado à partícula de vidro e quando o íon flúor é liberado, um íon hidroxila o substitui na matriz. O Enforce foi o material de menor liberação de flúor após o 1º dia ($0,15 \mu\text{g}/\text{mm}^{-2}$) porém, segundo os autores a concentração de flúor em um espaço de microinfiltração de 100 μm poderia ser de aproximadamente 1500 ppm. Sendo esta concentração possível de causar inibição bacteriana. Concluem que os materiais estudados liberam quantidades significantes de flúor por muitos dias, o que seria de especial importância para o processo de des/remineralização, no caso de fendas internas.

LEEVAILOJ *et al*¹⁸, em 1998, realizaram um estudo com o objetivo de avaliar a influência de cinco agentes de cimentação na incidência à fratura de 2 sistemas para confecção de coroas de porcelana pura, durante 2 meses de armazenagem em solução

salina a 37° C. Os agentes cimentantes avaliados foram: 1 cimento de ionômero de vidro convencional (Fuji I); 2 cimentos de ionômero de vidro modificados por poliácido (Fuji Plus, Vitremer e Advance); e um cimento resinoso convencional (Panavia 21). Foram utilizados 50 dentes pré-molares humanos preparados para cada sistema de porcelana (VitaDur Alpha e In-Ceram), divididos em 5 subgrupos de 10 dentes a serem fixados com os 5 agentes de cimentação citados. As amostras foram analisadas quanto à existência de linhas de fratura após o período de 2 meses de armazenagem. Aquelas amostras que não fraturaram durante a armazenagem foram submetidas à compressão até a falha. Apenas coroas cimentadas com Advance fraturaram após 2 meses de armazenagem. A incidência de fratura foi de 100% para coroas de jaqueta confeccionadas em VitaDur Alpha e 30% para coroas em In-Ceram. Nenhuma coroa fixada com os demais agentes de cimentação avaliados fraturou durante o período de armazenagem de 2 meses. Embora o agente de cimentação Advance seja classificado como cimento resinoso que libera flúor, o seu comportamento foi aquele esperado para os cimentos de ionômero de vidro convencionais ou modificados. O Advance apresenta em sua composição monômeros polimerizáveis em sua matriz em substituição ao poliácido, não apresentando reação do tipo ácido-base. A embebição e conseqüente expansão deste material foi considerada, pelos autores, como responsável pelo aparecimento de rachaduras nas coroas em porcelana pura avaliadas.

ROSENSTIEL *et al* ³⁰, em 1998, realizaram uma revisão da literatura, com o objetivo de identificar as propriedades de um agente de cimentação ideal e, determinar se os agentes atuais de cimentação apresentam estas propriedades. Relata os tipos de cimentos disponíveis atualmente, e os divide em dois grandes grupos: cimentos à base de água (fosfato de zinco, policarboxilato de zinco, ionômero de vidro, ou óxido de zinco

e eugenol reforçado) e cimentos à base de resina com ou sem adesivo, incluindo os cimentos modificados, que combinam a química das resinas e do ionômero de vidro. Foram analisadas diversas propriedades como, biocompatibilidade, solubilidade, sorpção de água, estabilidade de cor, resistência e outras propriedades mecânicas. Afirmam que agentes cimentantes resinosos com carga apresentam maiores valores de resistência em comparação àqueles sem carga. Os materiais sem carga exibem maior sorpção de água, juntamente com os cimentos de ionômero de vidro, o que pode afetar adversamente suas propriedades mecânicas. Consideram os cimentos resinosos os materiais de escolha para cimentação de restaurações em porcelana pura, pela ação de reforço que desempenham na porcelana, que segundo os autores deve-se provavelmente à prevenção da propagação de fraturas. Embora muitos trabalhos indiquem o uso de cimentos de ionômero de vidro modificados por resina para tal fim, baseado em observações laboratoriais, os autores afirmam ser necessário mais estudos clínicos a longo prazo que confirmem tal indicação. Concluem que embora não haja um cimento específico que atenda satisfatoriamente a todas as necessidades clínicas, os cimentos resinosos vêm permitir a expansão de serviços, já que muitos materiais à base de água são contra-indicados para muitos casos.

SOARES *et al*³², em 1998 avaliaram a espessura de película, segundo a ISO 9917, e a morfologia das partículas inorgânicas de cimentos resinosos. Foram avaliados os cimentos Variolink, nas consistências “High” e “Low” (Vivadent), Enforce (Dentsply), Opal Luting Cement e Scotchbond Resin Cement (3M), Resionomer e Duoolink (Bisco). Os materiais foram manipulados de acordo com as instruções dos fabricantes. Uma porção (0,1 ml) do cimento misturado foi colocada entre duas folhas de polietileno e posicionadas entre duas placas de vidro. Uma carga de 15 kg foi aplicada verticalmente

sobre as placas de vidro durante 10 minutos. Decorrido este tempo foram feitas 4 mensurações em cada amostra com o auxílio de um paquímetro digital. Foram confeccionados 3 corpos-de-prova para cada produto. Os valores de espessura de película foram submetidos à análise de variância e ao teste de Tukey ($p \leq 0,05$). Os valores apresentados pelo Variolink "High" (60 μm) e Enforce (53 μm) não diferiram estatisticamente entre si, assim como o Resionomer (34 μm) e Duoolink (32 μm) e Scotchbond Resin Cement (17 μm) e Opal Luting Cement (15 μm). A análise por microscopia eletrônica de varredura demonstrou partículas inorgânicas nas formas angulares, esféricas ou arredondadas e em tamanhos diferentes.

MATERIAIS E MÉTODO

CONFEÇÃO DOS DISCOS DE PORCELANA

Foram confeccionados 120 discos de porcelana, compostos de duas camadas distintas, uma de porcelana feldspática de média fusão e outra de porcelana hidrotérmica de baixa fusão. Os materiais utilizados para confecção dos corpos-de-prova, estão listados no Quadro I e Tabela 1.

QUADRO I – Agentes de cimentação utilizados no estudo e suas respectivas composições*.

AGENTE CIMENTANTE			AGENTE LIGAÇÃO	AGENTE CIMENTANTE			AGENTE LIGAÇÃO
Scotchbond Resin Cement			Kit Scotchb. Multiu. Plus	Enforce			Kit próprio
PASTA BASE	PASTA CATAL.	SILANO EM SOLUÇÃO		PASTA BASE	PASTA CATAL.	SILANO	
BISGMA	BISGMA			TEGDMA	TEGDMA	ETANOL	
TEGDMA	TEGDMA			BDMA	BISGMA	ÁC. ACÉTICO	
Zircônia/sílica	Zircônia/sílica	CATALISADOR		Sílica pirolítica silanizada	Sílica pirolítica silanizada		
Amina	Peróxido de Benzoila	BIS-GMA		Pigmentos minerais	Pigmentos minerais		
Catalisador fotopolimerizável	Pigmentos	HEMA		Canforoquinona	Peróxido de Benzoila		
		Peróxido de Benzoila		Vidro de Boro Silicato de Al e Ba silanizado	—		
				BHT	BHT		
				EDAB	EDAB		
				DHEPT	—		
					Dióxido de Titânio		

* FONTES: Perfil Técnico do produto – Scotchbond Resin Cement e Scotchbond Multiuso Plus (3M) Bula do Enforce com flúor (Dentsply).

TABELA 1 – Materiais utilizados para confecção dos discos cerâmicos, e seus respectivos fabricantes.

Materiais utilizados		Fabricantes
Porcelana de média fusão Duceram	Líquido modelador	Degussa
Porcelana de baixa fusão Duceram LFC	Líquido modelador	Degussa

Para a obtenção dos discos cerâmicos utilizou-se uma matriz metálica cilíndrica composta de 5 componentes, como ilustrado na Fig. 1. No anel metálico (A) de 30 mm de diâmetro interno e 44,61 mm de altura, foi adaptado um anel metálico (B) medindo 24,84 mm de diâmetro interno e 7,86 mm de altura, juntamente com um pistilo (C) de mesmo diâmetro e com 10 mm de altura. Em seguida, foi adaptado um segundo anel (D) de mesmo diâmetro medindo 29,81 mm de altura. Neste conjunto foi inserido o pó de porcelana de média fusão, aglutinado com líquido modelador, sempre em quantidades padronizadas, por volume. A seguir, o conjunto foi fechado com o pistilo (E) medindo 24,83 mm de diâmetro e 46,10 mm de altura, e, sobre este aplicou-se uma força de compressão de 4 toneladas, utilizando para isso, a máquina de ensaio universal Losenhausenwerk (Dusseldorf – Alemanha).

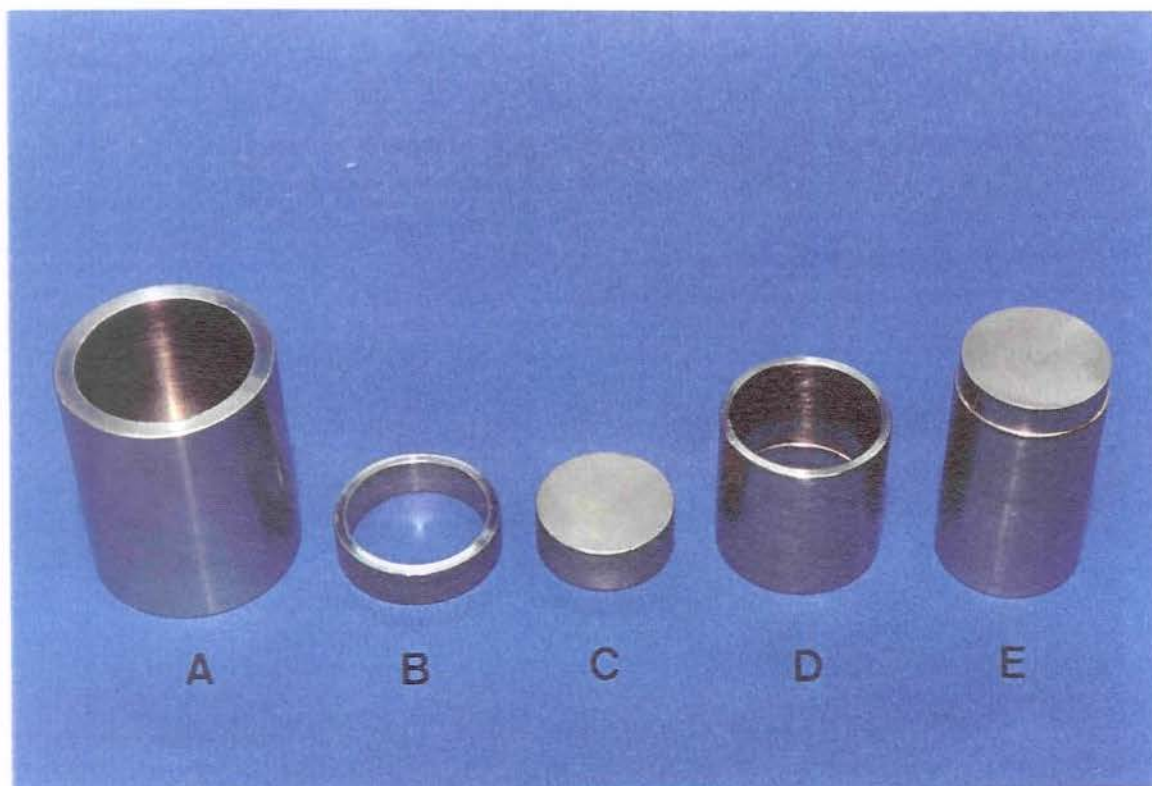


Figura 1 – Matriz metálica utilizada para obtenção dos discos cerâmicos de média fusão. A) Base, B) anel menor, C) pistilo menor, D) anel maior, E) pistilo maior.

O disco de porcelana obtido sob compressão, foi então removido da matriz e levado ao forno (Vulcano – EDG) para o procedimento de sinterização, conforme os ciclos de queima de dentina fornecidos pelo fabricante. Após o resfriamento natural, o disco de porcelana foi desgastado, em cerca de 0,45 mm, com pontas diamantadas cilíndricas de extremo arredondado para peça de mão (Nº 92 – KGS), com o auxílio de uma matriz metálica circular com 21,75 mm de diâmetro interno e 1,5 mm de profundidade (Fig. 2 – A). Cada broca foi utilizada para desgastar 4 discos de porcelana. A espessura dos discos após desgaste variou de 1,75 a 1,85 mm de espessura.

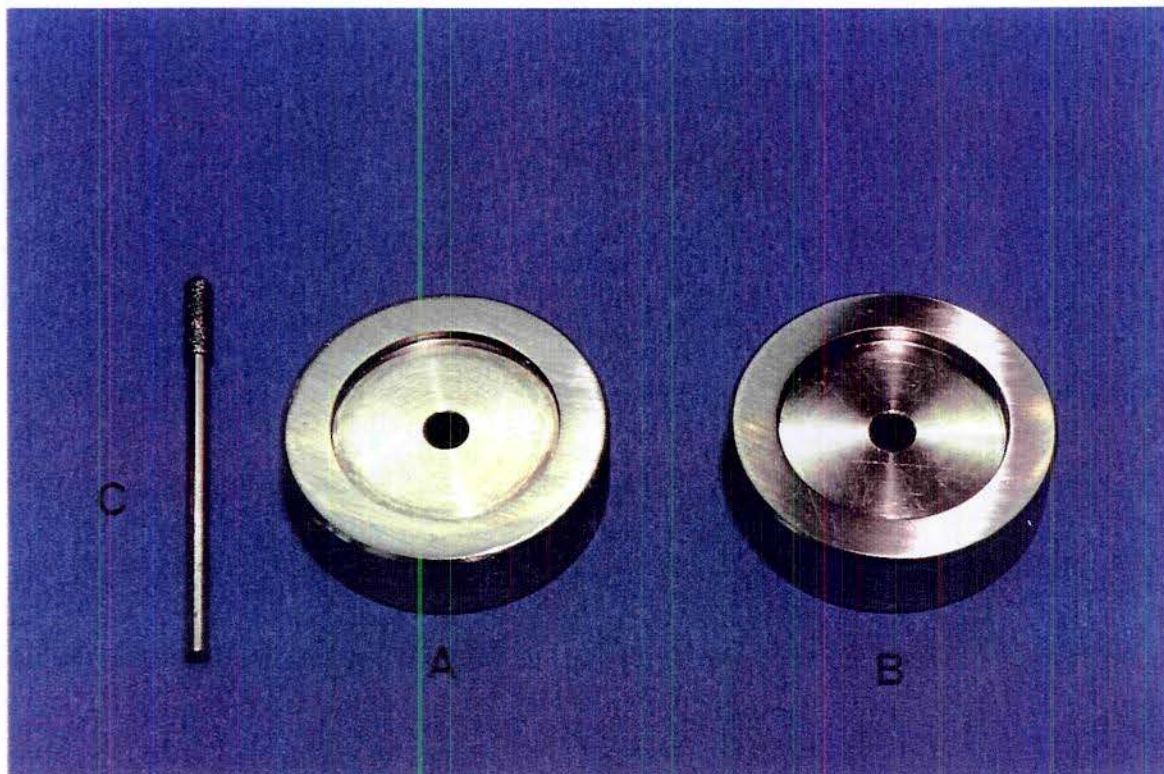


Figura 2 – Matrizes utilizadas para desgaste do disco cerâmico de média fusão (A) e para aplicação da porcelana de baixa fusão (B); ponta diamantada (C).

Em seguida, foi aplicado sobre o disco desgastado, pó de porcelana de baixa fusão (Duceram LFC – Degussa) aglutinado ao líquido modelador, fornecido pelo fabricante, com o auxílio de uma matriz metálica circular medindo 21,75 mm de diâmetro e 2,0 mm de profundidade (Fig. 2 – B). Após o nivelamento realizado com uma placa de vidro e condensação por vibração, a pasta foi seca com papel absorvente, e o disco foi então removido da matriz e levado ao forno (Vulcano – EDG) para o procedimento de sinterização.

O disco assim obtido após o resfriamento natural, era submetido a ciclo de glazeamento natural de acordo com as recomendações do fabricante, em uma de suas faces. Desta forma ao término da confecção do disco cerâmico este havia sofrido três ciclos de sinterização; e a espessura final foi de aproximadamente 2 mm. Os corpos-de-prova foram então, submetidos à limpeza em ultra-som (Thornton - T07) por 6 minutos, antes do procedimento de aplicação do agente cimentante.

Aplicação do agente cimentante e armazenagem

Os 120 discos cerâmicos foram divididos aleatoriamente em 6 grupos contendo 20 amostras cada um, como discriminado no Quadro II. Cada disco foi fixado a um suporte de resina acrílica (Fig. 3) com cera utilidade, para possibilitar o seu manuseio durante o condicionamento e aplicação do agente cimentante. Todos os discos tiveram suas faces que não receberam “glaze” condicionadas com ácido fluorídrico (Dentsply) a 10% por 4 minutos, lavados com jato ar/água por 1 minuto, e subseqüentemente secos com jato de ar. O procedimento de aplicação dos agentes cimentantes foi realizado em sala com umidade e temperatura controladas ($50 \pm 5\%$ U.R. e $23 \pm 1^\circ \text{C}$).

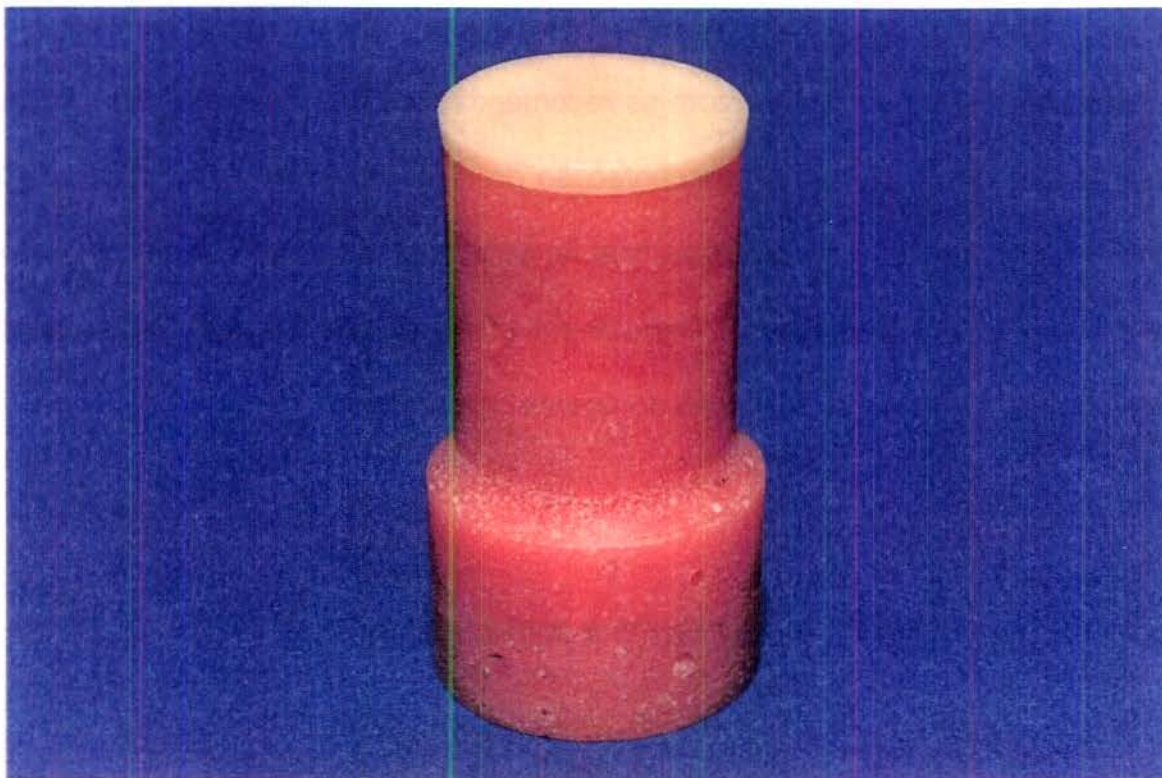


Figura 3 – Disco cerâmico fixado ao suporte de resina acrílica para procedimentos de condicionamento e aplicação do agente cimentante.

Em seguida, de acordo com o grupo ao qual pertencessem, foi aplicado o silano em 2 camadas, fornecido pelos respectivos fabricantes dos agentes cimentantes. Para o material Scotchbond Resin Cement foi utilizado o silano Ceramic Primer (3M), fornecido em frasco único, seguido da aplicação de uma camada de catalisador do sistema adesivo Scotchbond Multiuso Plus (3M). O silano utilizado para o material Enforce estava contido em dois frascos (Silano Primer e Silano Catalisador), fazendo-se necessária sua mistura antes da aplicação.

A pasta base e a pasta catalisadora, de cada agente cimentante, foram pesadas em uma balança de precisão Chyo – JK 180 (Chyo Balance Corp. – Japan) em quantidades iguais (0,13 g) e manipuladas de acordo com as instruções dos fabricantes e aplicadas com o auxílio de espátula plástica descartável sobre a superfície

condicionada de cada disco. Depois, uma folha de polietileno foi colocada sobre o cimento recém aplicado na porcelana e sobre esta uma placa de vidro. Para determinação da carga a ser aplicada sobre este conjunto, foram utilizados os valores característicos de espessura de película para os dois agentes cimentantes, determinados de acordo com a especificação ISO 9917 ³², sendo o tempo de manutenção da carga determinado pelos respectivos fabricantes. Em função disso, foi aplicada uma carga de 1,5 kgf, por meio de uma prensa pneumática, mantida por 4 minutos para o Scotchbond Resin Cement e, 6 minutos para o Enforce. Decorrido este tempo o cimento foi fotopolimerizado, utilizando um aparelho de luz visível (XL 3000 – 3M) com intensidade adequada (650 mW/cm^2), por 20 segundos em 4 posições diametralmente opostas, seguido da fotopolimerização por 20 segundos no centro do disco, após remoção da carga.

A espessura do disco assim obtido, foi mensurada com o uso de um paquímetro digital (Mitutoyo) – Japan) em 4 pontos e, subtraída da espessura do disco mensurada antes da cimentação, obtendo-se assim a espessura de película do agente cimentante, para cada disco.

Os discos foram numerados e armazenados em estufa a 37°C , em umidade relativa de 100% ou em água destilada²¹, por períodos de 24 horas, 3 ou 6 meses, dependendo do grupo experimental ao qual pertencessem (Quadro II), sendo os grupos 1 e 4 considerados como controle para cada material. Em seguida, o excesso de cimento foi removido com broca multilaminada para peça de mão (Edenta - nº 1518). A água usada para a armazenagem dos discos cerâmicos, nos tempos de 3 e 6 meses, foi trocada semanalmente. Após decorrido o tempo de armazenagem a espessura de película foi novamente mensurada imediatamente antes do ensaio de flexão biaxial.

QUADRO II - Agentes de cimentação utilizados na pesquisa divididos em seus respectivos grupos.

Grupo	Nº amostras	Cimento utilizado	Ag. de União	Fabricante	Armazenagem
1*	20	Scotchbond Resin Cement	Ceramic Primer	3M	24h (U.R. 100%)
2	20	Scotchbond Resin Cement	Ceramic Primer	3M	3 meses (U.A.)
3	20	Scotchbond Resin Cement	Ceramic Primer	3M	6 meses (U.A.)
4*	20	Enforce	Silano Primer + Silano Catalis.	Dentsply	24h (U.R. 100%)
5	20	Enforce	Silano Primer + Silano Catalis.	Dentsply	3 meses (U.A.)
6	20	Enforce	Silano Primer + Silano Catalis.	Dentsply	6 meses (U.A.)

- * - Grupos controle
- U.R. – Umidade relativa
- U.A. – Umidade absoluta

Teste de flexão biaxial

Para execução do ensaio biaxial ^{1, 7, 29} os corpos-de-prova foram posicionados sobre um suporte circular (23,1 mm de diâmetro) (Fig. 4), apoiado na base da máquina de ensaio universal Instron (modelo 4411 – Instron Co.), de tal forma que a superfície condicionada e cimentada sofresse tensão de tração durante os esforços de flexão efetuados no centro do disco cerâmico com o auxílio de uma esfera de 9,95 mm de diâmetro, com movimento rotacional livre, posicionada na base inferior de uma haste metálica presa ao mordente superior da Instron (Fig. 5 e 6). Foi utilizada uma célula de carga de 50 kg e uma velocidade de 1 mm/ min.



Figura 4 – Suporte metálico circular utilizado no momento do ensaio de flexão biaxial.

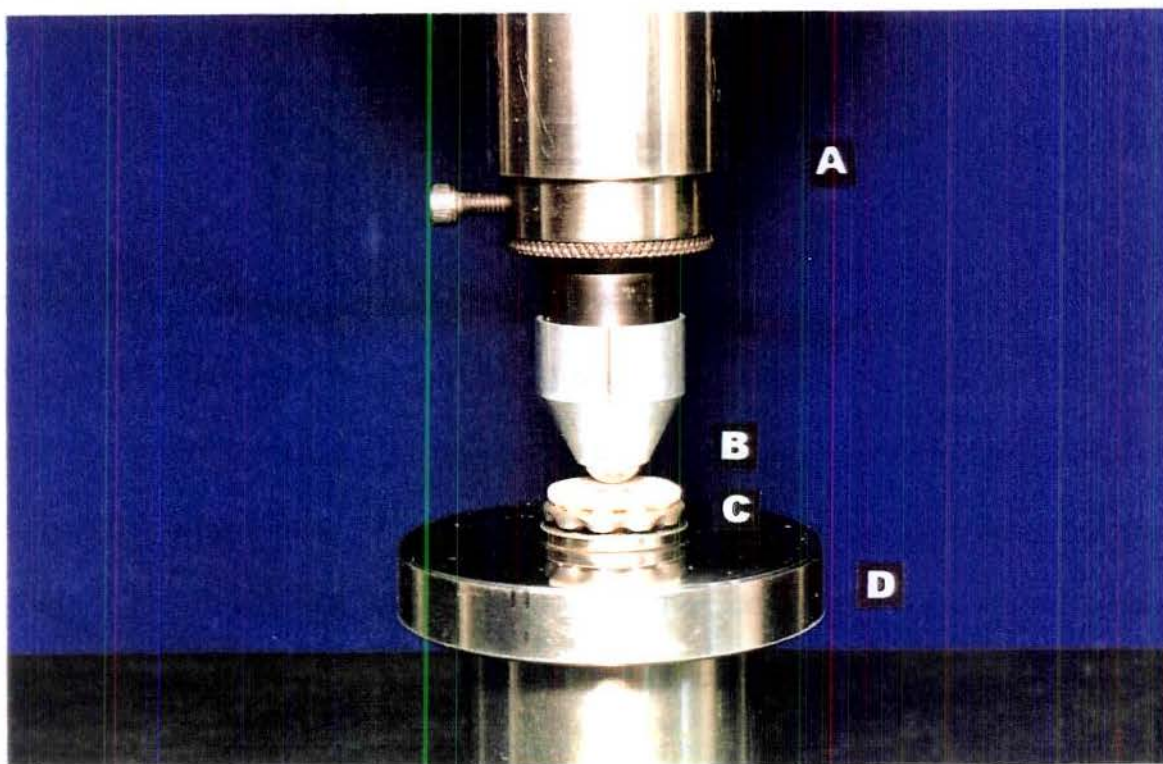


Figura 5 – Corpo-de-prova posicionado para o teste de flexão biaxial. A) Mordente superior da máquina de ensaio universal, B) pistão com esfera para aplicação da carga, C) suporte metálico circular, D) mesa presa à base da máquina de ensaio.

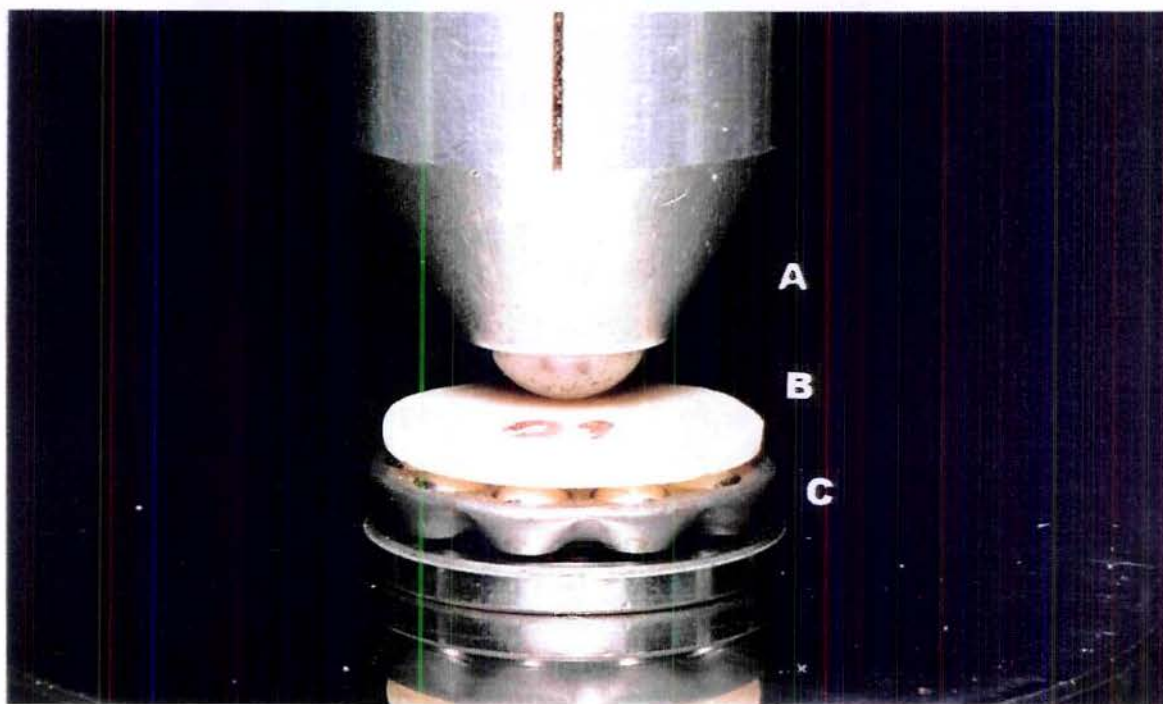


Figura 6 – Corpo-de-prova posicionado para o ensaio de flexão biaxial. (A) Pistão com esfera para aplicação da carga, (B) disco cerâmico, (C) suporte metálico circular.

Os valores obtidos no ensaio de flexão biaxial foram submetidos a fórmulas matemáticas específicas para obtenção da taxa de deformação e do valor de resistência à flexão biaxial de cada corpo-de-prova ²⁹, como se segue:

➤ Taxa de deformação (ε):

$$\dot{\varepsilon} = \frac{Vt_a}{a^2} \left[1 - \left\{ \frac{E_b t_b (1 + t_b / t_a)}{E_a t_a + E_b t_b} \right\} \right] \quad (1)$$

Onde:

ε = taxa de deformação

t = espessura do disco

t_a = camada superior (porcelana)

t_b = camada inferior (cimento)

a = raio do círculo de suporte

E = módulo de Young

E_a = camada superior (porcelana)

E_b = camada inferior (cimento)

V = velocidade de teste

➤ Tensão de Fratura (σ_f):

$$\sigma_f = \left(\frac{t_b}{t_a + t_b} \right) \sigma_{\text{sup}} + \frac{E_a}{E_b} \left(\frac{t_a}{t_a + t_b} \right) \sigma_{\text{inf}} \quad (2)$$

$$\sigma_{\text{sup}} = \frac{-6M}{t_a^2 k_{2p}} \left[1 + \frac{E_b t_b (1 + t_b / t_a)}{(E_a t_a + E_b t_b)} \right] \quad (3)$$

$$\sigma_{\text{inf}} = \frac{-6M}{t_a^2 k_{2p}} \left[\frac{E_b t_b}{E_a t_a} + \frac{E_b (t_a / t_b)}{(E_a t_a + E_b t_b)} \right] \quad (4)$$

Onde:

t = espessura do disco

t_a = camada superior (porcelana)

t_b = camada inferior (cimento)

E = módulo de Young

E_a = camada superior (porcelana)

E_b = camada inferior (cimento)

M = momento fletor

K_{2p} = constante

➤ Nas equações 2 e 3 a constante K_{2p} é:

$$k_{2p} = 1 + \frac{E_b t_b^3}{E_a t_a^3} + \frac{3E_b t_b (1 + t_b t_a)^2}{E_a t_a + E_b t_b} \quad (5)$$

➤ E o momento fletor (M) é:

$$M = \frac{P}{8\pi} \left[(1+\nu) + 2(1+\nu) \ln \frac{a}{b} + (1-\nu) \left(1 - \frac{b^2}{2a^2} \right) \frac{a^2}{R^2} \right] \quad (6)$$

Onde:

P = carga

t = espessura do disco

t_a = camada superior (porcelana)

t_b = camada inferior (cimento)

a = raio do círculo de suporte

E = módulo de Young

E_a = camada superior (porcelana)

E_b = camada inferior (cimento)

b = raio da esfera de aplicação da carga

R = raio do disco

ν = coeficiente de Poisson

ln = logaritmo neperiano

Análise Estatística

Após a obtenção dos valores de tensão de fratura para cada corpo-de-prova, as médias referentes a cada grupo foram submetidas à Análise de Variância e ao Teste de Tukey ao nível de 1% de significância. Os valores individuais por amostra foram também submetidos à Distribuição estatística de Weibull para materiais frágeis, que nos permite avaliar a confiabilidade do material e projetar a probabilidade de falha ^{27, 38, 7}. Para isso, os valores de tensão de fratura de cada grupo foram listados em ordem crescente para determinação do teor de falha, baseado na sua colocação, j , dado pela seguinte fórmula:

$$F = \frac{j-1/2}{n}$$

Onde n é o número total de amostras por grupo, j é o número de ordem de cada amostra, e F é o teor das partes que falharam (Tabelas 18 a 23).

A partir destes dados, foi então realizada uma regressão linear simples para determinação do coeficiente angular ou módulo de Weibull (m) e o coeficiente linear θ , através da seguinte fórmula:

$$\ln \left[\ln \left(\frac{1}{1-F} \right) \right] = m \cdot \ln \sigma_f - m \cdot \ln \theta \quad (7)$$

Onde:

\ln – logaritmo neperiano

m – coeficiente angular de Weibull

$\ln \sigma_f$ – logaritmo da tensão de fratura (σ_f)

θ – tensão de fratura característica, equivale a 62,3% de probabilidade de falha

Comparando a equação acima com a expressão linear $y = b x - c$, tem-se que:

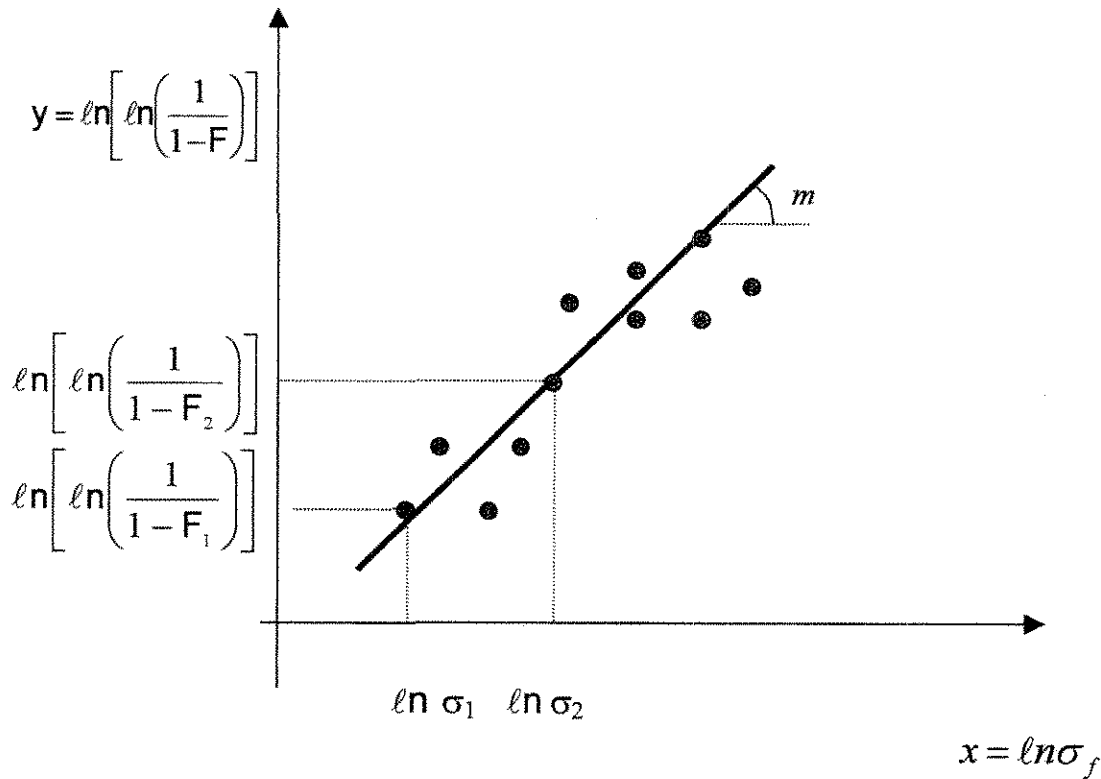
$$y = \ln \left[\ln \left(\frac{1}{1-F} \right) \right]$$

$$x = \ln \sigma_f$$

$$b = m$$

$$c = m \cdot \ln \theta$$

Representando graficamente os dados acima, obtém-se a seguinte situação:



A união dos pontos determinados por cada corpo-de-prova no gráfico, gera uma reta indicativa da durabilidade da população de amostras, através da determinação do módulo de Weibull (m), dado pela inclinação da reta em relação ao eixo das abcissas. Quanto maior o valor de m , mais uniforme é o comportamento do material. A tensão de fratura característica (c) é calculada após a determinação do módulo de Weibull, através da representação gráfica, substituindo o valor de m , na equação $c = m \cdot \ln \theta$. Deve-se considerar ainda, o coeficiente de determinação ou correlação que indica o grau de dispersão dos pontos em relação a reta, quanto mais próximos estiverem estes em relação a reta, maior será o valor do coeficiente, variando de 0 a 1.

RESULTADOS

Ensaio de resistência à flexão biaxial

Os valores de taxa de deformação calculados a partir dos valores originais de carga no momento da fratura, estão listados nas Tabelas 5 a 10 (Apêndice), e demonstraram a uniformidade numérica dos valores por amostra em relação a esta variável. Os valores de tensão de fratura (σ_f) para todos os grupos experimentais, estão listados na Tabela 3, e ilustrados pelo gráfico de barras (Figura 7).

Ao contrário do esperado, os valores de tensão de fratura da porcelana encontrados para o período de 6 meses de armazenagem foram superiores àqueles referentes aos períodos de 3 meses e 24 horas, independente do material utilizado.

A análise estatística dos resultados, através do teste de Tukey, demonstrou que, nos Grupos onde foi utilizado o Scotchbond Resin Cement houve diminuição numérica da tensão de fratura após 3 meses de armazenagem e que os valores referentes ao período de 6 meses foram numericamente superiores, sendo ambos comparados aos valores encontrados para o período de 24 horas. Quanto aos grupos onde utilizou-se o material Enforce observou-se o mesmo comportamento, apresentando porém médias estatisticamente superiores ($p < 0,01$) àquelas encontradas para o material Scotchbond (Tabela 3,4 e Figura 7).

Tabela 2 – Análise de Variância para os valores de resistência à fratura obtidos para os agentes de cimentação nos diferentes períodos de armazenagem.

Causas de Variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	Valor F	Prob. >F
Material	1	31987,5780403	31987,5780403	21,1572	0,00007
Tempo	2	10218,3002668	5109,1501334	3,3793	0,03638
Material x Tempo	2	1529,5303214	764,7651607	0,5058	0,61008
Resíduo	114	172356,6664560	1511,9005829		
Total	119	216092,0750846			

Média Geral = 328,76

Coeficiente de Variação = 11,827 %.

Tabela 3 – Valores médios de tensão de fratura (MPa) para os dois agentes cimentantes, nos diferentes períodos de armazenagem.

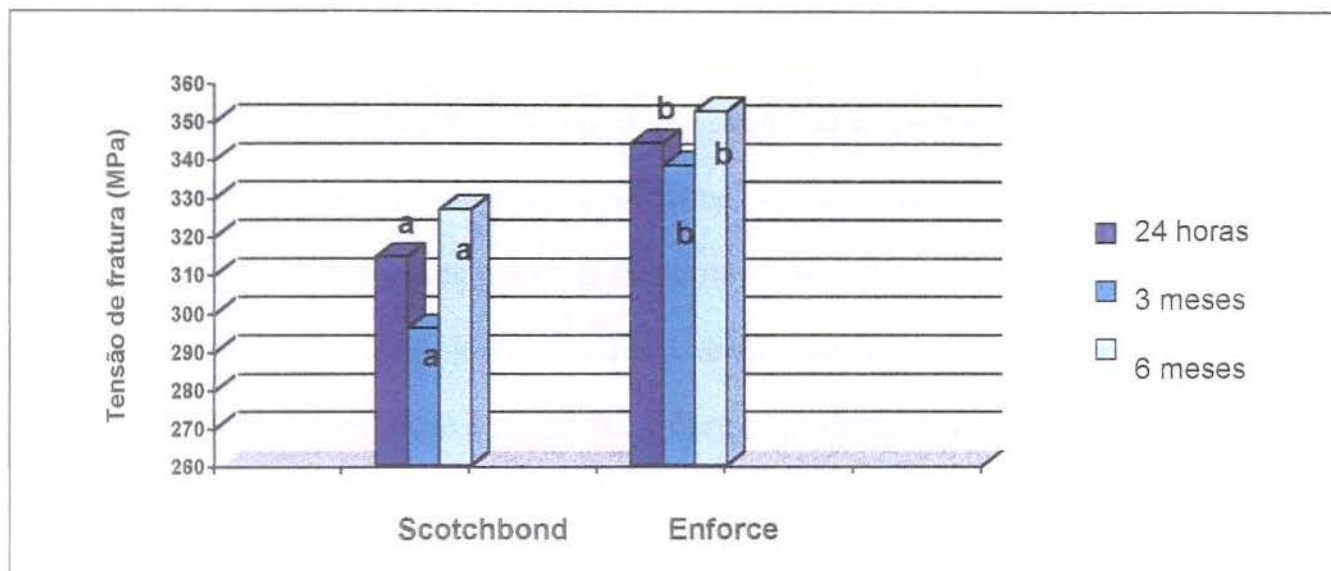
Período Armazenagem	Scotchbond	D.P.M*	Enforce	D.P.M*
24 horas	314,49 a A	10,96	344,23 b A	8,25
3 meses	295,93 a A	7,11	338,41 b B	9,43
6 meses	326,88 a A	9,45	352,62 b A	6,00

* Desvio padrão da média

D.M.S. 1% = 36,27

Médias seguidas por letras minúsculas distintas na coluna, diferem entre si ao nível de 1% de probabilidade, pelo Teste de Tukey.

Médias seguidas por letras maiúsculas distintas na linha, diferem entre si ao nível de 1% de probabilidade, pelo Teste de Tukey.



Barras seguidas de mesma letra não diferem entre si ao nível de 1%, pelo Teste de Tukey.

Figura 7 - Ilustração gráfica dos valores médios de tensão de fratura para os dois materiais cimentantes, nos diferentes períodos de armazenagem.

Tabela 4 – Valores médios de tensão de fratura (MPa) para os dois agentes cimentantes, independente do período de armazenagem.

Materiais	Nº de Repetições	Média
Enforce	60	345,08 a
Scotchbond	60	312,43 b

D.M.S. 1% = 18,46

Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de 1% de probabilidade, pelo Teste de Tukey.

Através da representação gráfica da Distribuição de Weibull, foi possível calcular o coeficiente angular ou módulo de Weibull, cujo valor determina a confiabilidade do material em determinada condição experimental. Para os grupos onde utilizou-se o material Scotchbond Resin Cement, houve uma nítida tendência de aumento do módulo de Weibull no decorrer do tempo de armazenagem em água. Significando que o material tende a apresentar um comportamento mais previsível. Nos grupos com Enforce este comportamento foi mais marcante, sendo a tendência à estabilidade mais nítida.

O coeficiente de determinação de Weibull tem seus valores variando entre 0 e 1, e quanto mais próximo de 1 for o valor encontrado, menor é a dispersão dos valores individuais por amostra em relação a reta. Os valores encontrados para os grupos 3, 5 e 6, demonstram uma maior variabilidade de comportamento. Enquanto para os grupos 1, 2 e 4 essa variabilidade manteve-se próxima da ideal.

O parâmetro θ indica o valor de tensão de fratura característico no qual 62,3 % das amostras irão falhar. Os grupos submetidos a armazenagem por período de 6 meses, independente do material utilizado apresentaram maiores valores de tensão de fratura característica, ou seja, apresentaram resistência superior em relação aos demais períodos.

Quadro III - Resultados obtidos através da Distribuição de Weibull.

	Módulo de Weibull	Tensão de Fratura característica (θ) (MPa)	Coefficiente de Determinação
GRUPO 1	7,61	327,75	0,93
GRUPO 2	11,11	302,63	0,97
GRUPO 3	9,13	337,70	0,87
GRUPO 4	11,19	351,44	0,97
GRUPO 5	9,53	351,44	0,87
GRUPO 6	15,33	354,96	0,87

DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

De modo geral, os materiais cerâmicos apresentam deformação plástica insignificante. A propagação de microdefeitos existentes na microestrutura da porcelana, levam a falha²⁴. Estes defeitos, conhecidos como falhas de Griffith, estão presentes no interior do material como resultado do método de preparo ou podem ser gerados durante carregamento mecânico e/ou ataque químico⁹. Por isso, os valores de resistência mensurados da porcelana (7 – 700 MPa) são extremamente baixos em relação aos valores teóricos de resistência (7.000 – 70.000 MPa) para esta classe de materiais⁹.

Quando tensões de tração são induzidas na superfície da porcelana, estas servem como cunhas concentradoras de tensão, aumentando as falhas, e levando a fratura devido a sua propagação por toda extensão do material^{9,39}. Este efeito de cunha é potencializado quando o material é exposto ao meio aquoso³⁹. Como a água está disponível a todas as superfícies externas e internas da restauração, é essencial que as influências ambientais (umidade x tempo), sejam replicadas em laboratório^{14, 26, 27}.

O processo de degradação da cerâmica em meio aquoso é denominado de fadiga estática ou fratura assistida pelo meio^{9, 22}. Ocorre a partir de uma interação química dependente da tensão, a qual o material é submetido. Ao alcançar a extremidade interna de uma rachadura sob tensão, uma molécula de água reage quimicamente com moléculas do material para formar um hidróxido, quebrando assim, as ligações do tipo M-O-M da porcelana. Quando a fratura se propaga até uma extensão crítica, a fratura da amostra pode ocorrer²⁶. Porém White *et al*³⁷, demonstraram que a fadiga estática e a fadiga mecânica eram fenômenos independentes, podendo assim serem estudados separadamente.

O presente estudo avaliou o efeito do envelhecimento de amostras de porcelana em água na resistência à fratura e não o efeito da fadiga estática, uma vez que não houve indução de tensão antes da armazenagem, nem foram as amostras ensaiadas em meio aquoso. Além disso, foi utilizada a técnica do condicionamento da superfície interna da porcelana com ácido fluorídrico associado a aplicação de silano, adesivo polimérico e cimento a base de resina, por ter sido relatada como mecanismo responsável pelo aumento da resistência de restaurações de porcelana unidas ao dente. Neste processo, a porcelana tem a sua resistência aumentada pelo preenchimento das falhas iniciadoras de fratura e indução de tensões de compressão nos bordos das falhas devido ao mecanismo de polimerização do cimento^{30, 35}. Outro fator a ser considerado, seria a qualidade de união da restauração à estrutura dental, promovida através dos materiais poliméricos, que permitem a distribuição homogênea das forças mastigatórias por toda interface unida à estrutura dental³⁶. Este fortalecimento da porcelana refletiu nos valores de resistência encontrados neste trabalho para o período de 24 horas (Scotchbond = 314,49 MPa; Enforce = 344,23 MPa) que foram superiores àqueles relatados na literatura para porcelana feldspática pura^{9, 17, 22}. Adicionalmente, a união do cimento resinoso quando aplicado à superfície condicionada da porcelana provavelmente reduziu a ação da água, mostrando assim que as deficiências relatadas para as porcelanas puras foram minimizadas pela combinação cimento resinoso – porcelana.

Yamamoto³⁹ sugeriu que a exposição à saliva, na situação clínica, pode diminuir a resistência de restaurações de porcelana pura. Drummond *et al*⁹ demonstraram que a água destilada teve um efeito prejudicial significativo sobre a resistência à fratura da porcelana pura após 12 meses de armazenagem. No entanto,

quando a porcelana foi unida a diferentes tipos de cimentos a base de resina, como avaliado neste estudo, os resultados demonstraram que não houve redução estatisticamente significativa ($p < 0,01$) dos valores de resistência obtidos nos diferentes períodos de armazenagem. Atribui-se a responsabilidade deste fato ao aumento de resistência e efetividade da união do cimento resinoso à porcelana, bem como à manutenção dos valores de resistência após 6 meses de armazenagem em água. Em concordância com o presente trabalho Roulet ³¹ em uma avaliação de diferentes combinações de tratamentos superficiais na resistência de união na interface porcelana/compósito, concluiu que após um ano de armazenagem em água a resistência de união manteve-se constante para amostras condicionadas associadas a silano/compósito, enquanto que amostras jateadas ou desgastadas tiveram valores de resistência diminuídos de 50 a 70%, comparados com a armazenagem em ar.

Embora, os valores de resistência à fratura não tenham sido diferentes estatisticamente para os períodos de armazenagem em água de 24 horas, 3 e 6 meses, o valor numérico de resistência à fratura (tensão de fratura) foi menor nos grupos que permaneceram armazenados durante 3 meses em água destilada e, em seguida, aumentou para os 6 meses de armazenagem (Tabela 3). Esta variação numérica nos valores de resistência à fratura provavelmente foi influenciada pelo cimento resinoso que contraiu-se no momento da polimerização sendo que, a alteração dimensional produzida pela contração persistiu até o período de 3 meses mensurado neste estudo (Tabelas 24 a 27). Para em seguida absorver água do meio, resultando na redução da alteração dimensional registrada aos 3 meses de armazenagem, e na produção de um efeito plastificante no material cimentante. Além disso, a água também pode produzir um relaxamento das tensões geradas durante a reação de polimerização.

O aumento numérico nos valores de resistência após o período de 6 meses de armazenagem, também deve estar relacionado ao comportamento da porcelana feldspática hidrotérmica (LFC) utilizada como camada mais superficial na confecção dos corpos-de-prova, à semelhança do que ocorre na confecção de restaurações de porcelana pura, conforme recomendação do fabricante. Também segundo informações do fabricante *, a denominação de vidro ou porcelana hidrotérmica deve-se à introdução de íons hidroxila à rede vítrea, sob calor e vapor de água. O fabricante alega que este material apresenta um aumento de cerca de 160 N/mm^2 na resistência mecânica, após sua inserção na cavidade bucal. Após o teste hidrolítico conduzido em laboratório, a resistência à flexão aumentou mais de 40% em relação à resistência original. Este aumento na resistência resultaria da presença de uma camada superficial, denominada “camada plastificada”, com muitos grupamentos $-\text{OH}$, formada à partir de uma troca de metais alcalinos e grupamentos hidroxila. Esta camada superficial é mais resiliente, permitindo corrigir falhas superficiais. Porém esta ação resiliente da camada superficial, que se forma em meio aquoso, deve ser ainda estabelecida em futuras investigações.

A maioria dos materiais resinosos indicados para cimentação são a base de BIS-GMA, com ou sem carga inorgânica. Entretanto alguns materiais resinosos para fixação apresentam em sua composição poliácidos em adição aos monômeros polimerizáveis ou são formados por monômeros ácidos associados aos grupamentos metacrilato da matriz resinosa, contendo ainda carga vítrea com potencialidade de liberação de flúor. Neste estudo, foi utilizado o Scotchbond Resin Cement cuja matriz orgânica é constituída por Bis-GMA e TEGDMA e a carga inorgânica formada por 78,5 % em peso de zircônia/sílica. Além de apresentar dupla ativação (física/química) para

* Hydrothermal Dental Ceramics Systems: A new category of dental material.

iniciação da polimerização. O outro material utilizado (Enforce) é considerado um cimento resinoso modificado por poliácidos¹². Apresenta matriz resinosa a base de Bis-GMA, vidros de Boro silicato de Alumínio e Bário, e o flúor é silanizado às partículas vítreas. Porém segundo Hammesfahr¹³, este material seria melhor classificado como uma resina que libera flúor, porque além de sua natureza hidrofóbica, não ocorre qualquer reação do tipo ácido/base. E de fato neste trabalho o material Enforce comportou-se como um material convencional. Embora Grobler *et al*¹² tenham relatado que a concentração de flúor liberada pelo Enforce em uma fenda de 100 µm poderia ser de aproximadamente 1500 ppm, quantidade suficiente para promover inibição bacteriana; sendo esta uma vantagem adicional, principalmente em pacientes com alto risco de cárie.

Segundo Rosenstiel³⁰, estes materiais híbridos para cimentação, podem diminuir a resistência da porcelana, sendo portanto contra-indicados para fixação de restaurações de porcelana pura. No entanto, o agente de cimentação Enforce, avaliado neste estudo, não exerceu efeito deletério sobre a resistência de porcelana feldspática principalmente após os 6 meses de armazenagem em água. Baseado nisto, este material pode ser indicado para fixação de próteses de porcelana pura, principalmente em casos onde as margens da cavidade estejam localizadas em dentina, comprovando assim a sugestão de Thonemann³⁴.

Os grupos onde foi aplicado o agente cimentante Enforce apresentaram valores estatisticamente superiores aos grupos onde se utilizou o Scotchbond Resin Cement, em todos os períodos experimentais de armazenagem. Da mesma forma, o módulo de Weibull mostrou que o Enforce apresenta menor variabilidade nos resultados de resistência após 6 meses, sendo portanto um material mais confiável em termos de

comportamento relativo à probabilidade de fratura. A razão para esse comportamento da resistência à fratura pode estar relacionado com a espessura de película do cimento. De acordo com Mollin *et al*²¹, espessuras de película variando entre 50 e 100 μm proporcionaram maiores valores de resistência de união entre porcelana e cimento resinoso. No presente estudo foi mantida a espessura média de película (53 μm) característica do cimento Enforce, como determinado por Soares *et al*³¹. Esta espessura de película foi suficiente para equilibrar os diferentes valores de Módulo de Young existente para o material cimentante e a porcelana. Por outro lado, a menor espessura de película produzida pelo material Scotchbond Resin Cement (17 μm) pode ter contribuído para a maior probabilidade de fratura da porcelana, conforme mostra o Quadro III. Isto ocorre porque a espessura menor de película pode não ter sido suficiente para absorver as tensões de compressão. Desta forma, uma maior espessura de película seria desejável no caso de fixação de restaurações em porcelana pura (cerca de 50 a 60 μm), pois esta maior camada de cimento ofereceria maior resiliência ao conjunto e conseqüentemente melhor resistência à porcelana, sendo a resistência ao desgaste e coesiva do cimento o limite para esta espessura.

De maneira geral, este trabalho foi conduzido de forma a reproduzir ao máximo as etapas laboratoriais de confecção de restaurações de porcelana pura, já que as falhas críticas nos corpos-de-prova devem ser as mesmas que aquelas envolvidas na falha clínica, para adequada caracterização do material quando em função¹⁴. Por isso, optou-se pelo desgaste dos discos cerâmicos através de pontas diamantadas e não através de desgaste em politriz. Esta forma de desgaste pode ter induzido tensões compressivas na porcelana, criando um efeito de fortalecimento do material, conforme

afirmou Griggs *et al*¹¹, e isso provavelmente contribuiu para a obtenção de valores de resistência mais elevados neste estudo.

Além disso, existem certos fatores que afetam a tensão de fratura, são eles: taxa de deformação, temperatura, entalhes, e umidade. No presente trabalho a taxa de deformação foi bastante uniforme mostrando pois, que esta variável da tensão de fratura foi bem controlada nas diferentes amostras. Para as condições ambientais, a temperatura e umidade foram controladas durante a confecção e armazenagem das amostras. Quanto ao fator entalhe, todos os discos cerâmicos receberam “glaze” natural em sua superfície. O controle destes fatores determinaram a relativa uniformidade de valores de resistência à fratura resultantes dos ensaios mecânicos, conforme ficou demonstrado neste estudo pelo coeficiente de Weibull.

CONCLUSÃO

Com base nos resultados obtidos, pode-se concluir que:

1. Os valores de resistência à flexão biaxial da porcelana unida a cimentos a base de resina não foram influenciados de forma significativa pelos períodos de armazenagem de 24 horas, 3 e 6 meses, para os dois agentes cimentantes ($p>0,01$).
2. Os valores médios de resistência à flexão biaxial da porcelana associada ao produto Enforce foram estatisticamente superiores ($p<0,01$) em relação a associação com o produto Scotchbond Resin Cement, independente do período de armazenagem.
3. A distribuição estatística de Weibull mostrou que o material Enforce apresentou menor variabilidade de resultados após 6 meses, e menor probabilidade de fratura em relação ao material Scotchbond Resin Cement.
4. A associação porcelana/silano/material resinoso resultou em valores de resistência à fratura da porcelana que mantiveram-se estáveis até 6 meses de armazenagem em água.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS*

1. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (ASTM). Standard test method for biaxial flexure strength of ceramic substrates. ASTM F 394 – 78, Philadelphia, PA: 1978. (Revisada em 1996).
2. ATTIN, T. et al. Curing shrinkage and volumetric changes of resin-modified glass ionomer restorative materials. **Dent Mater**, Washington, v.11, p. 359 – 362, Nov. 1995.
3. BAN, S., ANUSAVICE, K.J. Influence of test method on failure stress of brittle dental materials. **J Dent Res**, Washington, v.69, n.12, p. 1791 – 1799, Dec. 1990.
4. BURGESS, J.O. et al. Directly placed esthetic restorative materials – The continuum. **Compendium**, v.7, n.8, p. 731 – 748, Aug. 1996.
5. BURKE, F.J.T. The effect of variations in bonding procedure on fracture resistance of dentin-bonded all-ceramic crowns. **Quintessence Int**, New Malden, v.26, n.4, p. 293 – 300, 1995.
6. CARVALHO, C.M.L. Resistência à tração da porcelana sob influência de materiais cimentantes. Piracicaba, 1997. 97 p. [Tese de mestrado – Faculdade de Odontologia de Piracicaba da UNICAMP].

* De acordo com a NBR 6023 de Agosto de 1989, da Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT).
Abreviaturas de Periódicos em conformidade com a Medline (Index to Dental Literature).

7. CATTEL, M. J., CLARKE, R. L. , LYNCH, E. J. R. The biaxial flexural strength and reliability of four dental ceramics -- Part II. **J Dent**, Guildford, v.25, n.5, p. 409 – 414, 1997.
8. DAVIDSON, C.L., VAN ZEGHBROECK, L., FEILZER, A.J. Destructive stresses in adhesive luting cements. **J Dent Res**, Washington, v.70, n.5, p. 880 – 882, May. 1991.
9. DRUMMOND, J.L., NOVICKAS, D., LENKE J.W. Physiological aging of an all ceramic restorative material. **Dent Mater**, Washington, v.7, p. 133 – 137, Apr. 1991.
10. EIKENBERG, S., SHURTLEFF, J. Effect of hydration on bond strength of a silane-bonding composite to porcelain after seven months. **Gen Dent**, Chicago, v.44, n.1, p.58-61, Jan-Feb. 1996.
11. GRIGGS, J. A., THOMPSON, J.Y., ANUSAVICE K.J. Effects of flaw size and auto-glaze treatment on porcelain strength. **J Dent Res**, Washington, v.75, n.6, p. 1414 – 1417, June. 1996.
12. GROBLER, S.E., ROSSOUW R.J., VAN WYK KOTZE T.J. A comparison of fluoride release from various dental materials. **J Dent**, Guildford, v.26, n.3, p. 259 – 265, 1998.

13. HAMMESFAHR, P.D. Developments in resinomer systems. *In* Glass ionomers: The next generation. p. 47 – 55.
14. KELLY, J.R. Perspective on Strength. **Dent Mater**, Washington, v.11, p. 103 – 110, Mar. 1995.
15. _____. TESK, J.A., SORENSEN, J.A. Failure of all-ceramic fixed partial dentures in vitro and in vivo: Analysis and modeling. **J Dent Res**, Washington, v.74, n.6, p. 1253 – 1258, June. 1995.
16. _____. NISHIMURA, I. CAMPBELL, S.D. Ceramics in dentistry: historical roots and current perspectives. **J Prosthet Dent**, St. Louis, v.75, n.1, p. 18 – 32, 1996.
17. KERN, M., FECHTIG, T., STRUB, J.R. Influence of water storage and thermal cycling on the fracture strength of all-porcelain, resin bonded fixed partial dentures. **J Prosthet Dent**, St. Louis, v.71, n.3, p. 251 – 256, Mar. 1994.
18. LEEVAILOJ C. et al. In vitro study of fracture incidence and compressive load of all-ceramic crowns cemented with resin-modified glass ionomers and other luting agents. **J Prosthet Dent**, St. Louis, v.80, n. 6, p.699 - 707, Dec. 1998.
19. MECHOLSKY, J.J.Jr. Fracture mechanics principles. **Dent Mater**, Washington, v.11, p. 111 – 112, Mar. 1995.

20. MECHOLSKY, J.J.Jr. Fractography: determining the sites of fracture initiation. **Dent Mater**, Washington, v.11, p. 113 – 116, Mar. 1995.
21. MOLIN, M.K., KARLSSON, S.L., KRISTIANSEN, M.S. Influence of film thickness on joint bend strength of a ceramic/resin composite joint. **Dent Mater**, Washington, v.12, p. 245 – 249, 1996.
22. MORENA, et al. Fatigue of dental ceramics in a simulated oral enviroment. **J Dent Res**, Washington, v.65, n.7, p. 993 – 997, July. 1986.
23. NICHOLSON, J.W., ANSTICE, H.M., Mc LEAN, J.W. A preliminary report on the effect of storage in water on the properties of commercial light-cured glass ionomer cements. **Br Dent J**, London, v.173, p. 98 – 101, 1992.
24. QUINN, G.D., MORELL, R. Design data for engineering ceramics: A review of the flexure test. **J Am Ceram Soc**, v.74, n.9, p. 2037 – 2066, 1991.
25. RADFORD, K.C., LANGE, F.F. Loading factors for the biaxial flexure test. **J Am Ceram Soc**, v.61, n.5-6, p. 211 – 213, 1977.
26. RITTER, J.E. Predicting lifetimes of materials and material structures. **Dent Mater**, Washington, v.11, p. 142 – 146, Mar. 1995.
27. _____. Critique of test methods for lifetime predictions. **Dent Mater**, Washington, v.11, p. 147 – 151, Mar. 1995.

28. ROSENBLUM, M. A., SCHULMAN, A. A review of all ceramic restorations. **J Am Dent Assoc**, Chicago, v.128, p.297 – 307, Mar. 1997.
29. ROSENSTIEL, S.F. et al. Strength of a dental glass ceramic after surface coating. **Dent Mater**, Washington, v.9, n.4, p. 274 – 279, July. 1993.
30. _____. et al. Dental luting agents: A review of the current literature. **J Prosthet Dent**, St. Louis, v.80, n.3, p. 280 – 301, Sept. 1998.
31. ROULET, J.F., SÖDERHOLM, K.J.M., LONGMATE, J. Effects of treatment and storage conditions on ceramic/composite bond strength. **J Dent Res**, Washington, v.74, n.1, p. 381 – 387, Jan. 1995.
32. SOARES, A. B. et al. Espessura de película e morfologia das partículas inorgânicas de cimentos resinosos. **Anais da 15ª Reunião Anual da SBPqO – Divisão Brasileira da IADR**. (Resumo B008), p. 97, 1998.
33. THOMPSON, J.Y. et al. Fracture surface characterization of clinically failed all-ceramic crowns. **J Dent Res**, Washington, v.73, n.12, p. 1824 – 1832, Dec. 1994.
34. THONEMANN, B. et al. Resin modified glass ionomers for luting posterior ceramic restorations. **Dent Mater**, Washington, v.11, p. 161 –168, May. 1995.

35. VAN NOORT, R. Clinical relevance of laboratory studies on dental materials: strength determination – a personal view. **J Dent**, Guildford, Suppl. v.1, n.22, p.S4 – S8, 1994.
36. WAGNER, W.C., CHU, T.M. Biaxial flexural strength and indentation fracture toughness of three new dental core ceramics. **J Prosthet Dent**, St. Louis, v.76, n.2, p.140 – 144, 1996.
37. WHITE, et al. Relationship between static chemical and cyclic mechanical fatigue in a feldspathic porcelain. **Dent Mater**, Washington, v.13, p.103 – 110, Mar. 1997.
38. WEIBULL DISTRIBUTION – Norma da ABNT nº 05003, NBR6742, 1987.
39. YAMAMOTO, M. Factors affecting the strength of metal ceramics. In: _____, Quintessence. **Ceramics principles and methods of Makoto Yamamoto**. Quintessence Publishing Co, p. 15 – 22, 1988.

APÊNDICE

Tabela 5 – Valores de taxa de deformação (ϵ) para o Grupo 1.

Grupo	Amostra	ta (mm)	tb (mm)	a (mm)	Ea	Eb	V	ϵ (t. def.)
cim. res. Scotchb.	1	2,21	0,05	8,4	7024,2	265	1mm/min	0,031294
	2	2,11	0,03	8,4	7024,2	265		0,029887
	3	2,11	0,03	8,4	7024,2	265		0,029887
	4	2,16	0,18	8,4	7024,2	265		0,030508
	5	2,19	0,01	8,4	7024,2	265		0,031032
	6	2,15	0,04	8,4	7024,2	265		0,030449
	7	2,13	0,04	8,4	7024,2	265		0,030165
	8	2,22	0,02	8,4	7024,2	265		0,031452
	9	2,23	0,02	8,4	7024,2	265	1mm/min	0,031594
	10	2,08	0,01	8,4	7024,2	265		0,029473
	11	2,19	0,03	8,4	7024,2	265		0,031021
	12	2,15	0,01	8,4	7024,2	265		0,030465
	13	2,17	0,01	8,4	7024,2	265		0,030749
	14	2,14	0,02	8,4	7024,2	265		0,030318
	15	2,12	0,03	8,4	7024,2	265		0,030029
	16	2,16	0,02	8,4	7024,2	265		0,030601
	17	2,18	0,01	8,4	7024,2	265	1mm/min	0,03089
	18	2,04	0,02	8,4	7024,2	265		0,028901
	19	2,12	0,04	8,4	7024,2	265		0,030024
	20	2,18	0,01	8,4	7024,2	265		0,03089

Tabela 6 – Valores de taxa de deformação (ϵ) para o Grupo 2.

Grupo	Amostra	ta (mm)	tb (mm)	a (mm)	Ea	Eb	V	ϵ (t. def.)
cim. res. Scotchb.	1	2,19	0,01	8,4	7024,2	265		0,031032
	2	2	0,07	8,4	7024,2	265		0,028306
	3	1,99	0,01	8,4	7024,2	265		0,028198
	4	2,09	0,02	8,4	7024,2	265		0,029609
	5	2,23	0,01	8,4	7024,2	265		0,031599
	6	2,15	0,01	8,4	7024,2	265		0,030465
	7	2,14	0,01	8,4	7024,2	265	1mm/min	0,030323
	8	2,1	0,01	8,4	7024,2	265		0,029757
	9	2,1	0,01	8,4	7024,2	265		0,029757
	10	2,12	0,04	8,4	7024,2	265		0,030024
	11	2,11	0,01	8,4	7024,2	265		0,029898
	12	2,11	0,01	8,4	7024,2	265		0,029898
	13	2,11	0,01	8,4	7024,2	265		0,029898
	14	2,23	0,01	8,4	7024,2	265		0,031599
	15	2,08	0,01	8,4	7024,2	265	1mm/min	0,029473
	16	2,1	0,02	8,4	7024,2	265		0,029751
	17	2,19	0,03	8,4	7024,2	265		0,031021
	18	2,15	0,03	8,4	7024,2	265		0,030454
	19	2,15	0,03	8,4	7024,2	265		0,030454
	20	2,13	0,01	8,4	7024,2	265		0,030182

Tabela 7 – Valores de taxa de deformação (ϵ) para o Grupo 3.

Grupo	Amostra	ta (mm)	tb (mm)	a (mm)	Ea	Eb	V	ϵ (t. def.)
cim. res. Scotchb.	3	1	2,06	0,04	8,4	7024,2	265	0,029173
		2	2	0,03	8,4	7024,2	265	0,028328
		3	1,95	0,04	8,4	7024,2	265 1mm/min	0,027614
		4	1,99	0,06	8,4	7024,2	265	0,02817
		5	1,99	0,08	8,4	7024,2	265	0,028159
		6	2,07	0,03	8,4	7024,2	265	0,02932
		7	2,01	0,02	8,4	7024,2	265	0,028476
		8	2,01	0,01	8,4	7024,2	265	0,028481
		9	2	0,02	8,4	7024,2	265	0,028334
		10	2,05	0,03	8,4	7024,2	265 1mm/min	0,029037
		11	2,01	0,05	8,4	7024,2	265	0,028459
		12	2,01	0,02	8,4	7024,2	265	0,028476
		13	2,07	0,03	8,4	7024,2	265	0,02932
		14	1,94	0,01	8,4	7024,2	265	0,027489
		15	2,06	0,01	8,4	7024,2	265	0,02919
		16	2,01	0,01	8,4	7024,2	265	0,028481
		17	1,96	0,03	8,4	7024,2	265	0,027762
		18	1,97	0,01	8,4	7024,2	265	0,027914
		19	1,9	0,05	8,4	7024,2	265	0,0269
		20	2,07	0,05	8,4	7024,2	265	0,029309

Tabela 8 – Valores de taxa de deformação (ϵ) para o Grupo 4.

Grupo	Amostra	ta (mm)	tb (mm)	a (mm)	Ea	Eb	V	ϵ (t. def.)
cim. res. Enforce	4	1	2,27	0,03	8,4	7024,2	265 1mm/min	0,032155
		2	2,12	0,03	8,4	7024,2	265	0,030029
		3	2,05	0,06	8,4	7024,2	265	0,02902
		4	2,15	0,06	8,4	7024,2	265	0,030438
		5	2,14	0,04	8,4	7024,2	265	0,030307
		6	2,2	0,01	8,4	7024,2	265	0,031174
		7	2,35	0,01	8,4	7024,2	265	0,0333
		8	2,25	0,01	8,4	7024,2	265	0,031882
		9	2,21	0,05	8,4	7024,2	265	0,031294
		10	2,33	0,04	8,4	7024,2	265	0,033
		11	2,23	0,04	8,4	7024,2	265 1mm/min	0,031583
		12	2,23	0,02	8,4	7024,2	265	0,031594
		13	2,21	0,05	8,4	7024,2	265	0,031294
		14	2,22	0,02	8,4	7024,2	265	0,031452
		15	2,09	0,04	8,4	7024,2	265	0,029598
		16	2,22	0,02	8,4	7024,2	265	0,031452
		17	2,22	0,03	8,4	7024,2	265	0,031446
		18	2,12	0,02	8,4	7024,2	265	0,030035
		19	2,2	0,01	8,4	7024,2	265	0,031174
		20	2,01	0,08	8,4	7024,2	265	0,028442

Tabela 9 – Valores de taxa de deformação (ϵ) para o Grupo 5.

Grupo	Amostra	ta (mm)	tb (mm)	a (mm)	Ea	Eb	V	ϵ (t. def.)
5 cim. res. Enforce	1	2,13	0,08	8,4	7024,2	265	1mm/min	0,030143
	2	2,04	0,05	8,4	7024,2	265		0,028884
	3	2,2	0,01	8,4	7024,2	265		0,031174
	4	2,02	0,08	8,4	7024,2	265		0,028584
	5	2,13	0,1	8,4	7024,2	265		0,030131
	6	2,11	0,02	8,4	7024,2	265		0,029893
	7	2,13	0,02	8,4	7024,2	265		0,030176
	8	2,15	0,04	8,4	7024,2	265		0,030449
	9	2,12	0,01	8,4	7024,2	265		0,030004
	10	2,08	0,02	8,4	7024,2	265		0,029468
	11	2,14	0,01	8,4	7024,2	265	1mm/min	0,030323
	12	2,23	0,01	8,4	7024,2	265		0,031599
	13	2,17	0,03	8,4	7024,2	265		0,030738
	14	2,21	0,03	8,4	7024,2	265		0,031305
	15	2,12	0,02	8,4	7024,2	265		0,030035
	16	2,15	0,01	8,4	7024,2	265		0,030465
	17	2,17	0,01	8,4	7024,2	265		0,030749
	18	2,23	0,02	8,4	7024,2	265		0,031594
	19	2,25	0,02	8,4	7024,2	265		0,031877
	20	2,2	0,02	8,4	7024,2	265		0,031168

Tabela 10 – Valores de taxa de deformação (ϵ) para o Grupo 6.

Grupo	Amostra	ta (mm)	tb (mm)	a (mm)	Ea	Eb	V	ϵ (t. def.)
6 cim. res. Enforce	1	2,04	0,04	8,4	7024,2	265	1mm/min	0,02889
	2	1,97	0,05	8,4	7024,2	265		0,027892
	3	2,03	0,04	8,4	7024,2	265		0,028748
	4	1,99	0,07	8,4	7024,2	265		0,028164
	5	2,17	0,05	8,4	7024,2	265		0,030727
	6	2,07	0,04	8,4	7024,2	265		0,029315
	7	2,1	0,01	8,4	7024,2	265		0,029757
	8	2,07	0,03	8,4	7024,2	265		0,02932
	9	1,97	0,03	8,4	7024,2	265		0,027903
	10	2,07	0,04	8,4	7024,2	265	1mm/min	0,029315
	11	1,94	0,01	8,4	7024,2	265		0,027489
	12	1,97	0,06	8,4	7024,2	265		0,027887
	13	2,15	0,13	8,4	7024,2	265		0,030397
	14	2,11	0,02	8,4	7024,2	265		0,029893
	15	2,09	0,03	8,4	7024,2	265		0,029604
	16	2,11	0,03	8,4	7024,2	265		0,029887
	17	2,13	0,05	8,4	7024,2	265		0,03016
	18	2,02	0,02	8,4	7024,2	265		0,028617
	19	2,07	0,04	8,4	7024,2	265		0,029315
	20	2,2	0,08	8,4	7024,2	265		0,031135

Tabela 11 - Valores numéricos de tensão de fratura (σ_f) para o Grupo 1.

Amostra	P kgf	ta mm	tb mm	a mm	b mm	R mm	v	Ea	Eb	M	K2p	Sigma inf.	Sigma sup.	Sigma final	Sigma Final MPa
1	18,81	2,21	0,05	8,4	4,975	10,7	0,25	7024,2	264,63	21,86012	1,002672	1,142473	-26,94984	29,05807	284,9724762
2	22,12	2,11	0,03	8,4	4,975	10,66	0,25	7024,2	264,63	25,73043	1,001652	1,404637	-34,7525	36,2741	355,7401285
3	18,11	2,11	0,03	8,4	4,975	10,58	0,25	7024,2	264,63	21,10518	1,001652	1,152143	-28,50547	29,75355	291,7930944
4	21,22	2,16	0,18	8,4	4,975	10,66	0,25	7024,2	264,63	24,68353	1,011041	1,737282	-32,20251	40,08919	393,1546764
5	24,46	2,19	0,01	8,4	4,975	10,835	0,25	7024,2	264,63	28,34041	1,000521	1,370114	-35,47891	36,04102	353,4542943
6	22,75	2,15	0,04	8,4	4,975	10,735	0,25	7024,2	264,63	26,41801	1,00218	1,422974	-34,38983	36,45267	357,4913718
7	20,16	2,13	0,04	8,4	4,975	10,725	0,25	7024,2	264,63	23,41572	1,002202	1,284293	-31,05756	32,88873	322,5397674
8	16,67	2,22	0,02	8,4	4,975	10,79	0,25	7024,2	264,63	19,33385	1,001036	0,93285	-23,57013	24,32955	238,599901
9	21,74	2,23	0,02	8,4	4,975	10,48	0,25	7024,2	264,63	25,396	1,001032	1,214573	-30,68333	31,67967	310,6825322
10	15,16	2,08	0,01	8,4	4,975	10,685	0,25	7024,2	264,63	17,62429	1,000549	0,943723	-24,45983	24,8128	243,3391641
11	22,54	2,19	0,03	8,4	4,975	10,52	0,25	7024,2	264,63	26,30525	1,00159	1,335454	-32,97786	34,52292	338,5663121
12	20,15	2,15	0,01	8,4	4,975	10,545	0,25	7024,2	264,63	23,50201	1,00053	1,178496	-30,52713	30,99522	303,9701261
13	18,75	2,17	0,01	8,4	4,975	10,645	0,25	7024,2	264,63	21,81793	1,000526	1,074146	-27,81949	28,25317	277,0788664
14	16,5	2,14	0,02	8,4	4,975	10,675	0,25	7024,2	264,63	19,18651	1,001076	0,995003	-25,17335	25,9332	254,3268732
15	22,81	2,12	0,03	8,4	4,975	10,575	0,25	7024,2	264,63	26,58564	1,001644	1,43799	-35,56925	37,14035	364,235434
16	19,78	2,16	0,02	8,4	4,975	10,635	0,25	7024,2	264,63	23,02179	1,001066	1,172256	-29,64819	30,55829	299,6851421
17	20,46	2,18	0,01	8,4	4,975	10,71	0,25	7024,2	264,63	23,77226	1,000523	1,159742	-30,03386	30,50589	299,1712431
18	20,85	2,04	0,02	8,4	4,975	10,625	0,25	7024,2	264,63	24,27279	1,00113	1,383081	-35,04797	36,01507	353,1997721
19	24,74	2,12	0,04	8,4	4,975	10,57	0,25	7024,2	264,63	28,8385	1,002212	1,596203	-38,61235	40,86913	400,8035766
20	16,89	2,18	0,01	8,4	4,975	10,675	0,25	7024,2	264,63	19,64001	1,000523	0,958149	-24,81318	25,20316	247,1673784

Tabela 12 - Valores numéricos de tensão de fratura (σ_f) para o Grupo 2.

Amostra	P kgf	ta mm	tb mm	a mm	b mm	R mm	v	Ea	Eb	M	K2p	Sigma inf.	Sigma sup.	Sigma final	Sigma Final MPa
1	18,86	2,19	0,01	8,4	4,975	10,455	0,25	7024,2	264,63	22,04501	1,000521	1,065764	-27,5978	28,03505	274,9397553
2	18,84	2	0,07	8,4	4,975	10,655	0,25	7024,2	264,63	21,91759	1,004234	1,447523	-33,06057	36,00499	353,1009349
3	18,09	1,99	0,01	8,4	4,975	10,55	0,25	7024,2	264,63	21,09682	1,000574	1,233294	-31,98849	32,4123	317,8673948
4	19,96	2,09	0,02	8,4	4,975	10,54	0,25	7024,2	264,63	23,28316	1,001102	1,264939	-32,02853	32,95403	323,180212
5	20,25	2,23	0,01	8,4	4,975	10,385	0,25	7024,2	264,63	23,71043	1,000511	1,105882	-28,62705	29,0951	285,3356048
6	21,95	2,15	0,01	8,4	4,975	10,515	0,25	7024,2	264,63	25,61975	1,00053	1,284689	-33,27791	33,78817	331,3605982
7	18,3	2,14	0,01	8,4	4,975	10,6	0,25	7024,2	264,63	21,3166	1,000533	1,078837	-27,94795	28,3729	278,2530758
8	19,68	2,1	0,01	8,4	4,975	10,53	0,25	7024,2	264,63	22,96201	1,000543	1,206422	-31,26344	31,72269	311,1044608
9	15,94	2,1	0,01	8,4	4,975	10,585	0,25	7024,2	264,63	18,57411	1,000543	0,975882	-25,28918	25,66068	251,6542659
10	20,93	2,12	0,04	8,4	4,975	10,5	0,25	7024,2	264,63	24,43801	1,002212	1,352637	-32,72045	34,63287	339,6445568
11	14,15	2,11	0,01	8,4	4,975	10,38	0,25	7024,2	264,63	16,57008	1,000541	0,862426	-22,34722	22,67839	222,406991
12	20,09	2,11	0,01	8,4	4,975	10,475	0,25	7024,2	264,63	23,47135	1,000541	1,221618	-31,65462	32,12371	315,0372532
13	18,27	2,11	0,01	8,4	4,975	10,535	0,25	7024,2	264,63	21,31433	1,000541	1,109351	-28,74555	29,17154	286,0852523
14	20,91	2,23	0,01	8,4	4,975	10,37	0,25	7024,2	264,63	24,49232	1,000511	1,14235	-29,57108	30,05456	294,7450776
15	17,56	2,08	0,01	8,4	4,975	10,55	0,25	7024,2	264,63	20,47872	1,000549	1,096568	-28,42135	28,83148	282,7503539
16	17,17	2,1	0,02	8,4	4,975	10,64	0,25	7024,2	264,63	19,98172	1,001097	1,075428	-27,22568	28,01944	274,786696
17	21,68	2,19	0,03	8,4	4,975	10,49	0,25	7024,2	264,63	25,3198	1,00159	1,285425	-31,74245	33,22963	325,8829448
18	19,39	2,15	0,03	8,4	4,975	10,52	0,25	7024,2	264,63	22,62905	1,001621	1,190876	-29,43575	30,7699	301,7603838
19	18,27	2,15	0,03	8,4	4,975	10,665	0,25	7024,2	264,63	21,24958	1,001621	1,11828	-27,64135	28,89417	283,3651189
20	17,23	2,13	0,01	8,4	4,975	10,44	0,25	7024,2	264,63	20,1471	1,000536	1,029163	-26,66333	27,06533	265,4296489

Tabela 13 - Valores numéricos de tensão de fratura (σ_f) para o Grupo 3.

Amostra	P kgf	ta mm	tb mm	a mm	b mm	R mm	v	Ea	Eb	M	K2p	Sigma inf.	Sigma sup.	Sigma final	Sigma Final MPa
1	18,62	2,06	0,04	8,4	4,975	10,745	0,25	7024,2	264,63	21,61724	1,002279	1,264988	-30,65698	32,35367	317,2924453
2	16,79	2	0,03	8,4	4,975	10,73	0,25	7024,2	264,63	19,49927	1,001746	1,181874	-29,31677	30,47418	298,8603132
3	21,56	1,95	0,04	8,4	4,975	10,725	0,25	7024,2	264,63	25,04181	1,002413	1,630184	-39,64026	41,6042	408,0124313
4	19,03	1,99	0,06	8,4	4,975	10,615	0,25	7024,2	264,63	22,15917	1,003613	1,447308	-33,73435	36,30484	356,0415717
5	20,97	1,99	0,08	8,4	4,975	10,69	0,25	7024,2	264,63	24,37594	1,004911	1,658499	-37,17207	40,88439	400,953227
6	17,63	2,07	0,03	8,4	4,975	10,695	0,25	7024,2	264,63	20,49111	1,001685	1,161222	-28,75727	29,97172	293,9326656
7	17,21	2,01	0,02	8,4	4,975	10,65	0,25	7024,2	264,63	20,02364	1,001147	1,174739	-29,7827	30,58103	299,9081378
8	16,79	2,01	0,01	8,4	4,975	10,67	0,25	7024,2	264,63	19,52597	1,000568	1,119034	-29,02018	29,41235	288,4468993
9	15,47	2	0,02	8,4	4,975	10,605	0,25	7024,2	264,63	18,01799	1,001153	1,067509	-27,06843	27,78685	272,505648
10	19,11	2,05	0,03	8,4	4,975	10,685	0,25	7024,2	264,63	22,21638	1,001702	1,283102	-31,79055	33,10825	324,6925869
11	19,21	2,01	0,05	8,4	4,975	10,62	0,25	7024,2	264,63	22,36617	1,002951	1,402944	-33,34624	35,52577	348,4012163
12	15,43	2,01	0,02	8,4	4,975	10,7	0,25	7024,2	264,63	17,93204	1,001147	1,05203	-26,67171	27,38664	268,5807845
13	17,97	2,07	0,03	8,4	4,975	10,705	0,25	7024,2	264,63	20,88153	1,001685	1,183347	-29,30518	30,54277	299,5329376
14	15,34	1,94	0,01	8,4	4,975	10,565	0,25	7024,2	264,63	17,88338	1,000589	1,099604	-28,53236	28,89133	283,3372258
15	22,63	2,06	0,01	8,4	4,975	10,67	0,25	7024,2	264,63	26,31761	1,000554	1,436493	-37,23776	37,76543	370,3655464
16	17,19	2,01	0,01	8,4	4,975	10,6	0,25	7024,2	264,63	20,02363	1,000568	1,147555	-29,75982	30,16198	295,7985414
17	17,38	1,96	0,03	8,4	4,975	10,645	0,25	7024,2	264,63	20,22377	1,001782	1,275206	-31,66129	32,86083	322,2661347
18	19,25	1,97	0,01	8,4	4,975	10,6	0,25	7024,2	264,63	22,4232	1,000579	1,337379	-34,69377	35,14419	344,6590833
19	18,85	1,9	0,05	8,4	4,975	10,585	0,25	7024,2	264,63	21,96499	1,00313	1,53601	-36,65842	38,78566	380,3709855
20	21,21	2,07	0,05	8,4	4,975	10,65	0,25	7024,2	264,63	24,67759	1,002861	1,462621	-34,68634	37,08934	363,7351919

Tabela 14 - Valores numéricos de tensão de fratura (σ_f) para o Grupo 4.

Amostra	P kgf	ta mm	tb mm	a mm	b mm	R mm	v	Ea	Eb	M	K2p	Sigma inf.	Sigma sup.	Sigma final	Sigma Final MPa
1	24,13	2,27	0,03	8,4	4,975	10,305	0,25	7024,2	264,63	27,92965	1,001533	1,322184	-32,58735	34,21255	335,5224912
2	25,15	2,12	0,03	8,4	4,975	10,685	0,25	7024,2	264,63	29,23819	1,001644	1,581464	-39,11814	40,84599	400,5766392
3	21,3	2,05	0,06	8,4	4,975	10,625	0,25	7024,2	264,63	24,79667	1,003502	1,529985	-35,56697	38,44491	377,0292442
4	23,97	2,15	0,06	8,4	4,975	10,65	0,25	7024,2	264,63	27,88882	1,00333	1,571071	-36,35941	39,58238	388,1844415
5	24,31	2,14	0,04	8,4	4,975	10,64	0,25	7024,2	264,63	28,29095	1,002191	1,537675	-37,17345	39,38426	386,2414679
6	18,68	2,2	0,01	8,4	4,975	10,655	0,25	7024,2	264,63	21,73146	1,000518	1,04116	-26,95842	27,38896	268,6035203
7	24,08	2,35	0,01	8,4	4,975	10,465	0,25	7024,2	264,63	28,13972	1,000485	1,183011	-30,59256	31,13853	305,3755514
8	25,11	2,25	0,01	8,4	4,975	10,55	0,25	7024,2	264,63	29,28364	1,000507	1,341867	-34,72996	35,30653	346,2511328
9	21,87	2,21	0,05	8,4	4,975	10,64	0,25	7024,2	264,63	25,45138	1,002672	1,330163	-31,37726	33,83183	331,7887986
10	29,17	2,33	0,04	8,4	4,975	10,37	0,25	7024,2	264,63	34,16744	1,002006	1,575553	-37,86236	40,47579	396,9460879
11	25,32	2,23	0,04	8,4	4,975	10,53	0,25	7024,2	264,63	29,54259	1,002099	1,482699	-35,74369	38,03266	372,986249
12	24,12	2,23	0,02	8,4	4,975	10,54	0,25	7024,2	264,63	28,13577	1,001032	1,345603	-33,99351	35,09734	344,1996025
13	21,69	2,21	0,05	8,4	4,975	10,535	0,25	7024,2	264,63	25,3042	1,002672	1,322471	-31,19582	33,6362	329,8701983
14	19,67	2,22	0,02	8,4	4,975	10,55	0,25	7024,2	264,63	22,93944	1,001036	1,106818	-27,96575	28,8668	283,0966651
15	20,18	2,09	0,04	8,4	4,975	10,635	0,25	7024,2	264,63	23,48735	1,002245	1,336424	-32,35829	34,1995	335,3944844
16	22,36	2,22	0,02	8,4	4,975	10,695	0,25	7024,2	264,63	25,98873	1,001036	1,253945	-31,68319	32,704	320,7281431
17	25,23	2,22	0,03	8,4	4,975	10,545	0,25	7024,2	264,63	29,42708	1,001568	1,454843	-35,9002	37,62303	368,9690682
18	20,6	2,12	0,02	8,4	4,975	10,61	0,25	7024,2	264,63	23,99013	1,001086	1,267308	-32,07298	33,02462	323,8724483
19	21,6	2,2	0,01	8,4	4,975	10,615	0,25	7024,2	264,63	25,15177	1,000518	1,205028	-31,20141	31,69971	310,8790214
20	19,03	2,01	0,08	8,4	4,975	10,59	0,25	7024,2	264,63	22,17213	1,004859	1,480263	-33,13959	36,51886	358,1404638

Tabela 15 - Valores numéricos de tensão de fratura (σ_f) para o Grupo 5.

Amostra	P kgf	ta mm	tb mm	a mm	b mm	R mm	v	Ea	Eb	M	K2p	Sigma inf.	Sigma sup.	Sigma final	Sigma Final MPa
1	18,54	2,13	0,08	8,4	4,975	10,625	0,25	7024,2	264,63	21,58358	1,004565	1,291529	-28,71639	32,00119	313,8357072
2	17,32	2,04	0,05	8,4	4,975	10,505	0,25	7024,2	264,63	20,22052	1,002905	1,232639	-29,26533	31,23565	306,328052
3	19,66	2,2	0,01	8,4	4,975	10,495	0,25	7024,2	264,63	22,9579	1,000518	1,099919	-28,47986	28,9347	283,7625773
4	23,6	2,02	0,08	8,4	4,975	10,505	0,25	7024,2	264,63	27,55221	1,004833	1,822257	-40,77283	44,97317	441,051839
5	23,02	2,13	0,1	8,4	4,975	10,52	0,25	7024,2	264,63	26,86543	1,00581	1,674277	-35,80171	40,8428	400,5452958
6	20,15	2,11	0,02	8,4	4,975	10,18	0,25	7024,2	264,63	23,71672	1,001091	1,264572	-32,00892	32,95041	323,1446933
7	22,35	2,13	0,02	8,4	4,975	10,495	0,25	7024,2	264,63	26,09914	1,001081	1,366015	-34,56547	35,59995	349,1287215
8	24,43	2,15	0,04	8,4	4,975	10,545	0,25	7024,2	264,63	28,494	1,00218	1,534795	-37,09226	39,31721	385,5838809
9	22,26	2,12	0,01	8,4	4,975	10,405	0,25	7024,2	264,63	26,05104	1,000538	1,343228	-34,80293	35,32317	346,4142887
10	17	2,08	0,02	8,4	4,975	10,46	0,25	7024,2	264,63	19,86849	1,001107	1,089662	-27,5949	28,38514	278,3730385
11	21,05	2,14	0,01	8,4	4,975	10,465	0,25	7024,2	264,63	24,59888	1,000533	1,244954	-32,25131	32,7417	321,0978204
12	23,42	2,23	0,01	8,4	4,975	10,605	0,25	7024,2	264,63	27,2774	1,000511	1,272249	-32,93368	33,47213	328,2612226
13	24,28	2,17	0,03	8,4	4,975	10,485	0,25	7024,2	264,63	28,35972	1,001605	1,465744	-36,21258	37,88159	371,5047902
14	25,85	2,21	0,03	8,4	4,975	10,56	0,25	7024,2	264,63	30,1395	1,001575	1,503233	-37,1032	38,86972	381,1953381
15	17,85	2,12	0,02	8,4	4,975	10,605	0,25	7024,2	264,63	20,78999	1,001086	1,098256	-27,79464	28,61934	280,6698217
16	24,36	2,15	0,01	8,4	4,975	10,465	0,25	7024,2	264,63	28,46693	1,00053	1,427459	-36,97615	37,54312	368,185388
17	21,93	2,17	0,01	8,4	4,975	10,415	0,25	7024,2	264,63	25,65853	1,000526	1,263228	-32,71655	33,22657	325,8529279
18	22,52	2,23	0,02	8,4	4,975	10,7	0,25	7024,2	264,63	26,17171	1,001032	1,251671	-31,62055	32,64732	320,1722476
19	22,93	2,25	0,02	8,4	4,975	10,58	0,25	7024,2	264,63	26,72236	1,001022	1,255784	-31,71403	32,75978	321,2751733
20	21,87	2,2	0,02	8,4	4,975	10,34	0,25	7024,2	264,63	25,63598	1,001046	1,259121	-31,82437	32,83364	321,9994808

Tabela 16 - Valores numéricos de tensão de fratura (σ_f) para o Grupo 6.

Amostra	P kgf	ta mm	tb mm	a mm	b mm	R mm	v	Ea	Eb	M	K2p	Sigma inf.	Sigma sup.	Sigma final	Sigma Final MPa
1	17,93	2,04	0,04	8,4	4,975	10,805	0,25	7024,2	264,63	20,78826	1,002302	1,239723	-30,06315	31,69561	310,8388275
2	17,55	1,97	0,05	8,4	4,975	10,615	0,25	7024,2	264,63	20,43581	1,003014	1,332562	-31,7207	33,71016	330,5954953
3	20,81	2,03	0,04	8,4	4,975	10,745	0,25	7024,2	264,63	24,15977	1,002314	1,454592	-35,28452	37,18203	364,644127
4	19,12	1,99	0,07	8,4	4,975	10,72	0,25	7024,2	264,63	22,21028	1,004256	1,480928	-33,84062	36,82332	361,1262505
5	24,24	2,17	0,05	8,4	4,975	10,595	0,25	7024,2	264,63	28,23907	1,002724	1,528526	-36,11176	38,84528	380,9556431
6	19,11	2,07	0,04	8,4	4,975	10,675	0,25	7024,2	264,63	22,22147	1,002268	1,28819	-31,20966	32,95317	323,1717045
7	20,46	2,1	0,01	8,4	4,975	10,6	0,25	7024,2	264,63	23,83266	1,000543	1,252166	-32,44885	32,92552	322,9006148
8	23,25	2,07	0,03	8,4	4,975	10,66	0,25	7024,2	264,63	27,04487	1,001685	1,53262	-37,95482	39,55769	387,9422936
9	17,81	1,97	0,03	8,4	4,975	10,68	0,25	7024,2	264,63	20,70743	1,001773	1,292765	-32,08981	33,31841	326,7536242
10	21,05	2,07	0,04	8,4	4,975	10,69	0,25	7024,2	264,63	24,46893	1,002268	1,418476	-34,36618	36,28602	355,8570071
11	20,76	1,94	0,01	8,4	4,975	10,635	0,25	7024,2	264,63	24,16241	1,000589	1,485686	-38,55034	39,03535	382,8196554
12	17,12	1,97	0,06	8,4	4,975	10,645	0,25	7024,2	264,63	19,92122	1,003652	1,326592	-30,94786	33,25689	326,1503199
13	18,5	2,15	0,13	8,4	4,975	10,625	0,25	7024,2	264,63	21,53701	1,007676	1,397953	-28,2375	33,38078	327,3652709
14	23,55	2,11	0,02	8,4	4,975	10,625	0,25	7024,2	264,63	27,41603	1,001091	1,461819	-37,00165	38,08999	373,5485648
15	21,12	2,09	0,03	8,4	4,975	10,575	0,25	7024,2	264,63	24,6159	1,001668	1,369018	-33,88726	35,34472	346,6256991
16	21,94	2,11	0,03	8,4	4,975	10,64	0,25	7024,2	264,63	25,53284	1,001652	1,393851	-34,48563	35,99555	353,008364
17	22,49	2,13	0,05	8,4	4,975	10,525	0,25	7024,2	264,63	26,24376	1,002777	1,472233	-34,83494	37,38294	366,6144788
18	19,04	2,02	0,02	8,4	4,975	10,67	0,25	7024,2	264,63	22,14261	1,001141	1,286419	-32,6089	33,49157	328,4518408
19	23,79	2,07	0,04	8,4	4,975	10,645	0,25	7024,2	264,63	27,68259	1,002268	1,604773	-38,87971	41,05169	402,5939677
20	23,82	2,2	0,08	8,4	4,975	10,59	0,25	7024,2	264,63	27,75303	1,00441	1,562688	-34,6053	38,80953	380,6051014

Tabela 17 - Valores de tensão de fratura por amostra, em MPa, seguidos da média por Grupo.

Grupo 01	Grupo 02	Grupo 03	Grupo 04	Grupo 05	Grupo 06
284,9724762	274,9397553	317,2924453	335,5224912	313,8357072	310,8388275
355,7401285	353,1009349	298,8603132	400,5766392	306,328052	330,5954953
291,7930944	317,8673948	408,0124313	377,0292442	283,7625773	364,644127
393,1546764	323,180212	356,0415717	388,1844415	441,051839	361,1262505
353,4542943	285,3356048	400,953227	386,2414679	400,5452958	380,9556431
357,4913718	331,3605982	293,9326656	268,6035203	323,1446933	323,1717045
322,5397674	278,2530758	299,9081378	305,3755514	349,1287215	322,9006148
238,599901	311,1044608	288,4468993	346,2511328	385,5838809	387,9422936
310,6825322	251,6542659	272,505648	331,7887986	346,4142887	326,7536242
243,3391641	339,6445568	324,6925869	396,9460879	278,3730385	355,8570071
338,5663121	222,406991	348,4012163	372,986249	321,0978204	382,8196554
303,9701261	315,0372532	268,5807845	344,1996025	328,2612226	326,1503199
277,0788664	286,0852523	299,5329376	329,8701983	371,5047902	327,3652709
254,3268732	294,7450776	283,3372258	283,0966651	381,1953381	373,5485648
364,235434	282,7503539	370,3655464	335,3944844	280,6698217	346,6256991
299,6851421	274,786696	295,7985414	320,7281431	368,185388	353,008364
299,1712431	325,8829448	322,2661347	368,9690682	325,8529279	366,6144788
353,1997721	301,7603838	344,6590833	323,8724483	320,1722476	328,4518408
400,8035766	283,3651189	380,3709855	310,8790214	321,2751733	402,5939677
247,1673784	265,4296489	363,7351919	358,1404638	321,9994808	380,6051014
Média	Média	Média	Média	Média	Média
314,4986065	295,934529	326,8846787	344,232786	338,4191152	352,6284425

Tabela 18 - Cálculo dos dados estatísticos levados ao gráfico da reta para o Grupo 1.

J	F	Sigma f (MPa)	$\ln(\ln(1/(1-F)))$	$\ln(\sigma)$
1	0,025	238,599901	-3,676247258	5,474788095
2	0,075	243,3391641	-2,551539632	5,494456207
3	0,125	247,1673784	-2,013418678	5,510065752
4	0,175	254,3268732	-1,64832484	5,538620342
5	0,225	277,0788664	-1,366914374	5,624302182
6	0,275	284,9724762	-1,134497663	5,652392601
7	0,325	291,7930944	-0,933837306	5,67604497
8	0,375	299,1712431	-0,755014863	5,701016129
9	0,425	299,6851421	-0,591700887	5,702732397
10	0,475	303,9701261	-0,439502333	5,716929427
11	0,525	310,6825322	-0,295122383	5,738771594
12	0,575	322,5397674	-0,155875037	5,776226438
13	0,625	338,5663121	-0,019356889	5,824719973
14	0,675	353,1997721	0,116831558	5,867033823
15	0,725	353,4542943	0,255404859	5,867754182
16	0,775	355,7401285	0,399886159	5,874200488
17	0,825	357,4913718	0,555590156	5,879111227
18	0,875	364,235434	0,732099368	5,897800455
19	0,925	393,1546764	0,951761023	5,974203113
20	0,975	400,8035766	1,305322741	5,993471473

Tabela 19 - Cálculo dos dados estatísticos levados ao gráfico da reta para o Grupo 2.

J	F	Sigma f (MPa)	$\ln(\ln(1/(1-F)))$	$\ln(\sigma)$
1	0,025	222,406991	-3,676247258	5,404508996
2	0,075	251,6542659	-2,551539632	5,528056185
3	0,125	265,4296489	-2,013418678	5,58134983
4	0,175	274,786696	-1,64832484	5,615995146
5	0,225	274,9397553	-1,366914374	5,616552002
6	0,275	278,2530758	-1,134497663	5,628531044
7	0,325	282,7503539	-0,933837306	5,644564367
8	0,375	283,3651189	-0,755014863	5,646736239
9	0,425	285,3356048	-0,591700887	5,653666048
10	0,475	286,0852523	-0,439502333	5,656289851
11	0,525	294,7450776	-0,295122383	5,686110839
12	0,575	301,7603838	-0,155875037	5,709633271
13	0,625	311,1044608	-0,019356889	5,740128743
14	0,675	315,0372532	0,116831558	5,752690896
15	0,725	317,8673948	0,255404859	5,761634298
16	0,775	323,180212	0,399886159	5,7782101
17	0,825	325,8829448	0,555590156	5,786538252
18	0,875	331,3605982	0,732099368	5,803207203
19	0,925	339,6445568	0,951761023	5,82789965
20	0,975	353,1009349	1,305322741	5,866753951

Tabela 20 - Cálculo dos dados estatísticos levados ao gráfico da reta para o Grupo 3.

J	F	Sigma f (MPa)	$\ln(\ln(1/(1-F)))$	$\ln(\sigma_f)$
1	0,025	268,5807845	-3,676247258	5,593151742
2	0,075	272,505648	-2,551539632	5,60765934
3	0,125	283,3372258	-2,013418678	5,646637799
4	0,175	288,4468993	-1,64832484	5,664511011
5	0,225	293,9326656	-1,366914374	5,683350713
6	0,275	295,7985414	-1,134497663	5,689678619
7	0,325	298,8603132	-0,933837306	5,699976284
8	0,375	299,5329376	-0,755014863	5,702224387
9	0,425	299,9081378	-0,591700887	5,70347622
10	0,475	317,2924453	-0,439502333	5,759823889
11	0,525	322,2661347	-0,295122383	5,775377709
12	0,575	324,6925869	-0,155875037	5,782878848
13	0,625	344,6590833	-0,019356889	5,842555764
14	0,675	348,4012163	0,116831558	5,853354736
15	0,725	356,0415717	0,255404859	5,875047498
16	0,775	363,7351919	0,399886159	5,896426108
17	0,825	370,3655464	0,555590156	5,914490481
18	0,875	380,3709855	0,732099368	5,941147054
19	0,925	400,953227	0,951761023	5,99384478
20	0,975	408,0124313	1,305322741	6,011297643

Tabela 21 - Cálculo dos dados estatísticos levados ao gráfico da reta para o Grupo 4.

J	F	Sigma f (MPa)	$\ln(\ln(1/(1-F)))$	$\ln(\sigma_f)$
1	0,025	268,6035203	-3,676247258	5,59323639
2	0,075	283,0966651	-2,551539632	5,645788412
3	0,125	305,3755514	-2,013418678	5,721542335
4	0,175	310,8790214	-1,64832484	5,739403838
5	0,225	320,7281431	-1,366914374	5,770593858
6	0,275	323,8724483	-1,134497663	5,78034976
7	0,325	329,8701983	-0,933837306	5,798699239
8	0,375	331,7887986	-0,755014863	5,804498618
9	0,425	335,3944844	-0,591700887	5,815307404
10	0,475	335,5224912	-0,439502333	5,815688992
11	0,525	344,1996025	-0,295122383	5,841221729
12	0,575	346,2511328	-0,155875037	5,847164329
13	0,625	358,1404638	-0,019356889	5,880925266
14	0,675	368,9690682	0,116831558	5,910712815
15	0,725	372,986249	0,255404859	5,921541553
16	0,775	377,0292442	0,399886159	5,932322755
17	0,825	386,2414679	0,555590156	5,956462738
18	0,875	388,1844415	0,732099368	5,961480591
19	0,925	396,9460879	0,951761023	5,983800473
20	0,975	400,5766392	1,305322741	5,992905107

Tabela 22 - Cálculo dos dados estatísticos levados ao gráfico da reta para o Grupo 5.

J	F	Sigma f (MPa)	$\ln(\ln(1/(1-F)))$	$\ln(\sigma)$
1	0,025	278,3730385	-3,676247258	5,628962079
2	0,075	280,6698217	-2,551539632	5,637178967
3	0,125	283,7625773	-2,013418678	5,648137893
4	0,175	306,328052	-1,64832484	5,724656593
5	0,225	313,8357072	-1,366914374	5,748869624
6	0,275	320,1722476	-1,134497663	5,768859125
7	0,325	321,0978204	-0,933837306	5,771745813
8	0,375	321,2751733	-0,755014863	5,772297994
9	0,425	321,9994808	-0,591700887	5,774549933
10	0,475	323,1446933	-0,439502333	5,77810019
11	0,525	325,8529279	-0,295122383	5,786446138
12	0,575	328,2612226	-0,155875037	5,793809702
13	0,625	346,4142887	-0,019356889	5,847635425
14	0,675	349,1287215	0,116831558	5,855440684
15	0,725	368,185388	0,255404859	5,908586583
16	0,775	371,5047902	0,399886159	5,917561758
17	0,825	381,1953381	0,555590156	5,943311942
18	0,875	385,5838809	0,732099368	5,954758759
19	0,925	400,5452958	0,951761023	5,992826858
20	0,975	441,051839	1,305322741	6,089162417

Tabela 23 - Cálculo dos dados estatísticos levados ao gráfico da reta para o Grupo 6.

J	F	Sigma f (MPa)	$\ln(\ln(1/(1-F)))$	$\ln(\sigma)$
1	0,025	310,8388275	-3,676247258	5,739274538
2	0,075	322,9006148	-2,551539632	5,777344582
3	0,125	323,1717045	-2,013418678	5,778183775
4	0,175	326,1503199	-1,64832484	5,787358379
5	0,225	326,7536242	-1,366914374	5,789206444
6	0,275	327,3652709	-1,134497663	5,791076584
7	0,325	328,4518408	-0,933837306	5,794390224
8	0,375	330,5954953	-0,755014863	5,800895559
9	0,425	346,6256991	-0,591700887	5,848245521
10	0,475	353,008364	-0,439502333	5,866491751
11	0,525	355,8570071	-0,295122383	5,874528985
12	0,575	361,1262505	-0,155875037	5,889227622
13	0,625	364,644127	-0,019356889	5,898921883
14	0,675	366,6144788	0,116831558	5,904310829
15	0,725	373,5485648	0,255404859	5,923048022
16	0,775	380,6051014	0,399886159	5,941762358
17	0,825	380,9556431	0,555590156	5,942682946
18	0,875	382,8196554	0,732099368	5,947564005
19	0,925	387,9422936	0,951761023	5,960856601
20	0,975	402,5939677	1,305322741	5,99792853

EQUAÇÃO 1 – Equação e valores determinantes da configuração da reta do gráfico da análise estatística de Weibull para o Grupo 1.

Fit Results

Fit 3: Linear, $Y=B*X+A$

Equation:

$$Y = 7.61577 * X + -44.2662$$

Number of data points used = 19

Average X = 5.73473

Average Y = -0.591847

Regression sum of squares = 27.1006

Residual sum of squares = 1.9855

Coef of determination, R-squared = 0.931737

Residual mean square, σ^2 = 0.116794

EQUAÇÃO 2 – Equação e valores determinantes da configuração da reta do gráfico da análise estatística de Weibull para o Grupo 2.

Fit Results

Fit 1: Linear, $Y=B*X+A$

Equation:

$$Y = 11.1111 * X + -63.7239$$

Number of data points used = 20

Average X = 5.68445

Average Y = -0.563223

Regression sum of squares = 28.656

Residual sum of squares = 0.741418

Coef of determination, R-squared = 0.974779

Residual mean square, σ^2 = 0.0411899

EQUAÇÃO 3 – Equação e valores determinantes da configuração da reta do gráfico da análise estatística de Weibull para o Grupo 3.

Fit Results

Fit 1: Linear, $Y=B*X+A$

Equation:

$$Y = 9.13679 * X + -53.3907$$

Number of data points used = 20

Average X = 5.78185

Average Y = -0.563223

Regression sum of squares = 25.6354

Residual sum of squares = 3.76204

Coef of determination, R-squared = 0.872028

Residual mean square, σ^2 = 0.209002

EQUAÇÃO 4 – Equação e valores determinantes da configuração da reta do gráfico da análise estatística de Weibull para o Grupo 4.

Fit Results

Fit 1: Linear, $Y=B*X+A$

Equation:

$$Y = 11.1924 * X + -65.8785$$

Number of data points used = 20

Average X = 5.83568

Average Y = -0.563223

Regression sum of squares = 28.7134

Residual sum of squares = 0.684062

Coef of determination, R-squared = 0.976731

Residual mean square, σ^2 = 0.0380034

EQUAÇÃO 5 – Equação e valores determinantes da configuração da reta do gráfico da análise estatística de Weibull para o Grupo 5.

Fit Results

Fit 1: Linear, $Y=B*X+A$

Equation:

$$Y = 9.53807 * X + -56.0476$$

Number of data points used = 20

Average X = 5.81714

Average Y = -0.563223

Regression sum of squares = 25.597

Residual sum of squares = 3.80039

Coef of determination, R-squared = 0.870724

Residual mean square, sigma-hat-sq'd = 0.211133

EQUAÇÃO 6 – Equação e valores determinantes da configuração da reta do gráfico da análise estatística de Weibull para o Grupo 6.

Fit Results

Fit 1: Linear, $Y=B*X+A$

Equation:

$$Y = 15.3314 * X + -90.4463$$

Number of data points used = 20

Average X = 5.86266

Average Y = -0.563223

Regression sum of squares = 25.8275

Residual sum of squares = 3.56988

Coef of determination, R-squared = 0.878565

Residual mean square, sigma-hat-sq'd = 0.198327

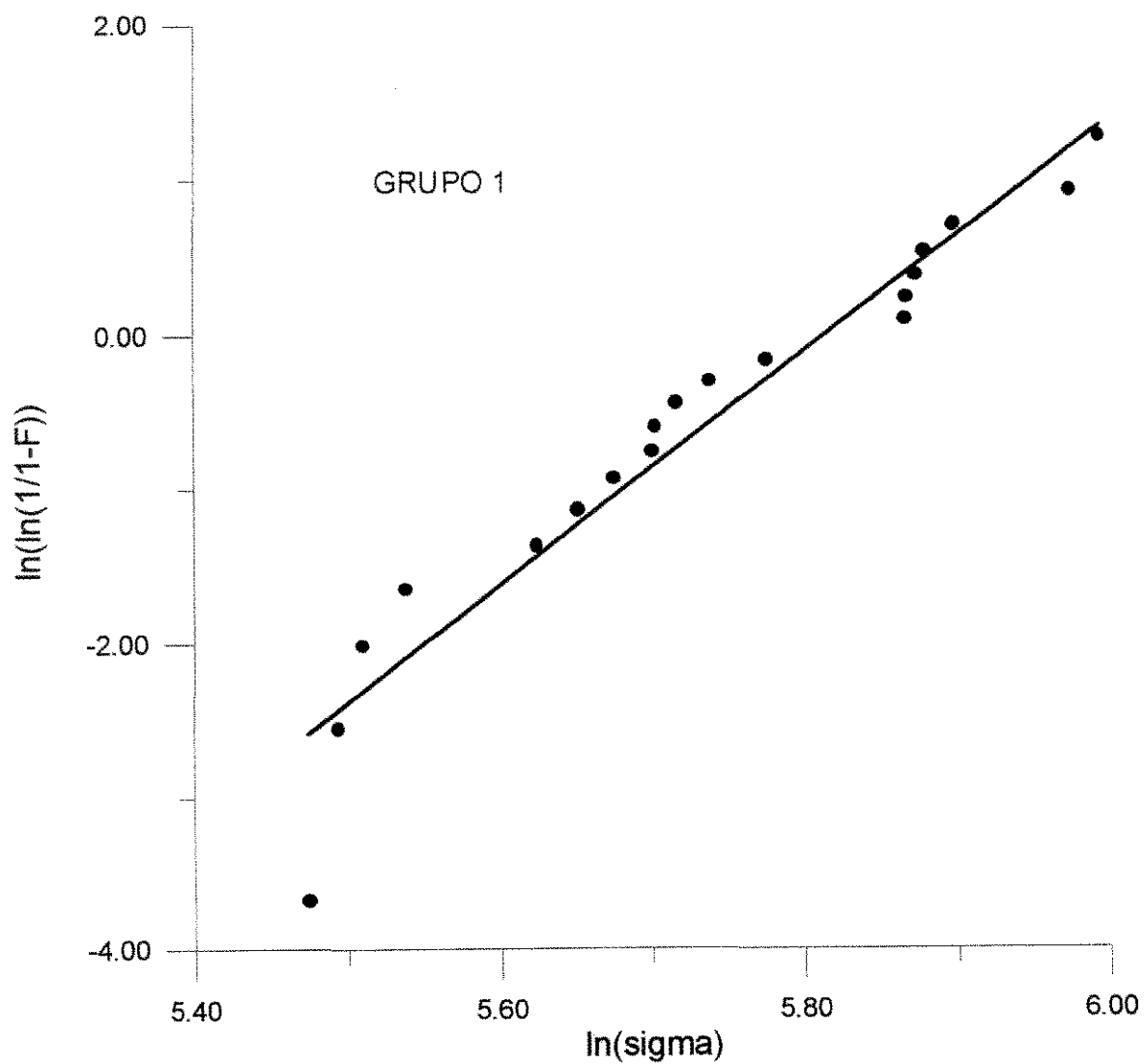


Figura 8 – Distribuição de Weibull para o Grupo 1.

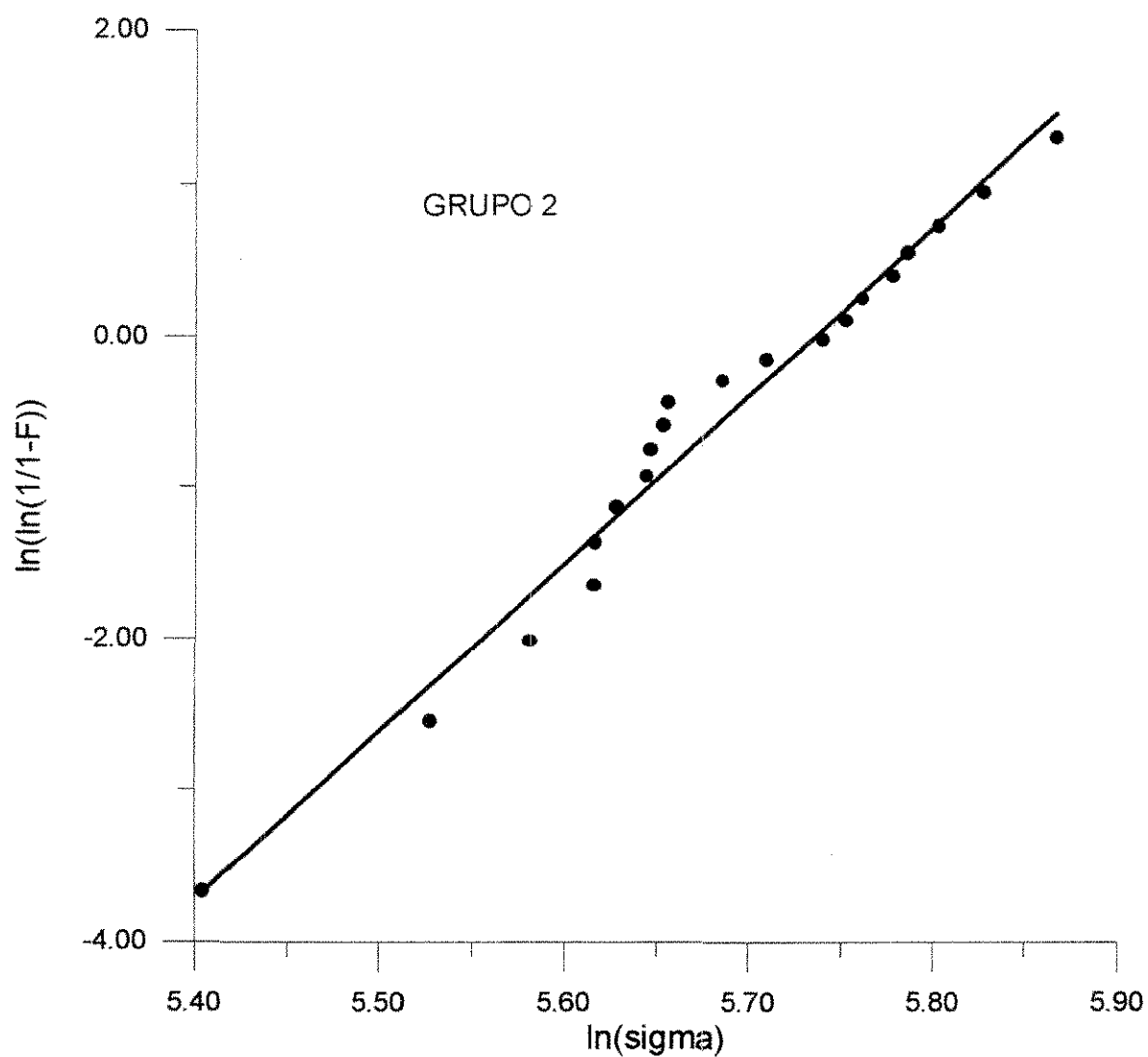


Figura 9 – Distribuição de Weibull para o Grupo 2.

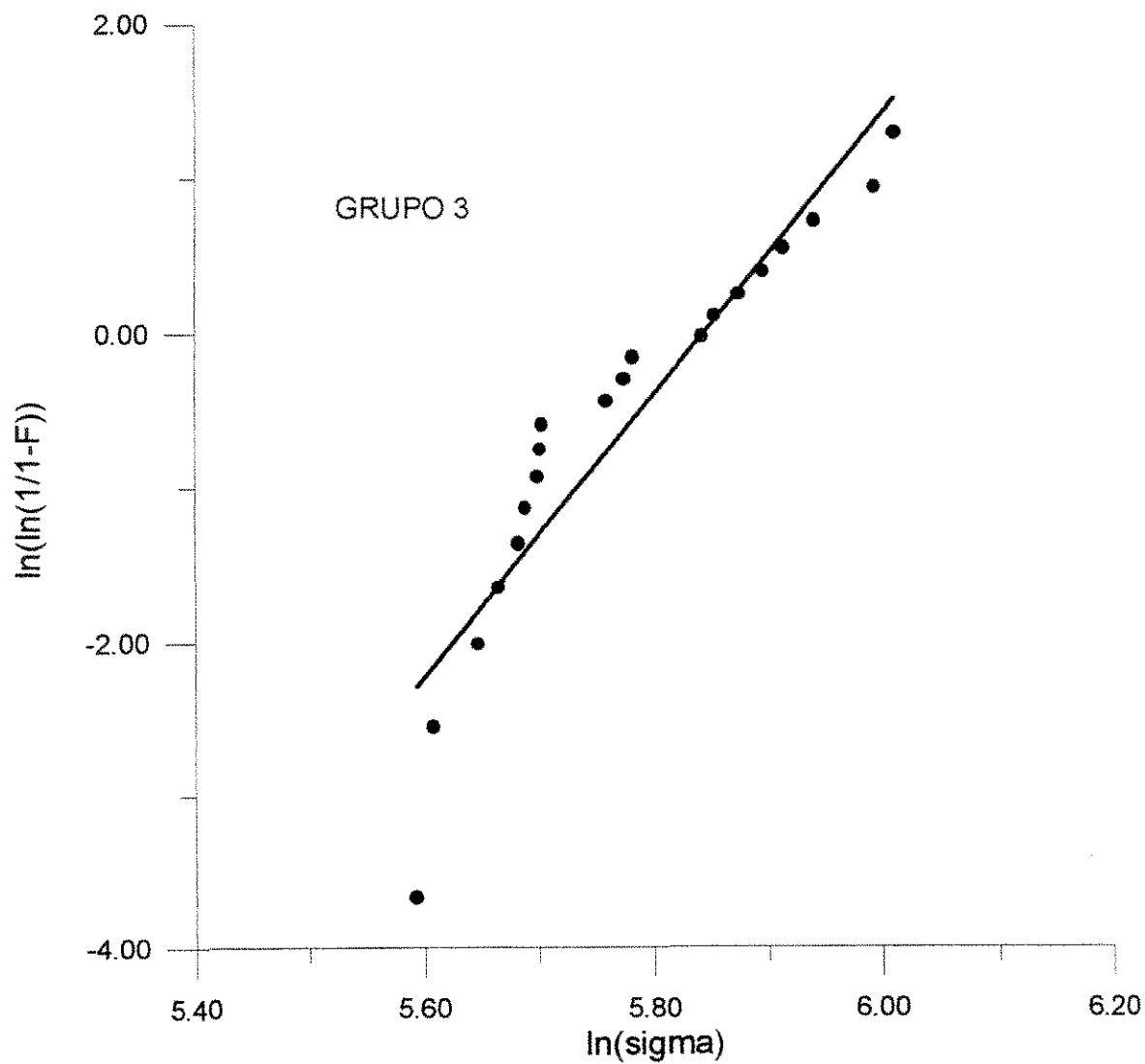


Figura 10 – Distribuição de Weibull para o Grupo 3.

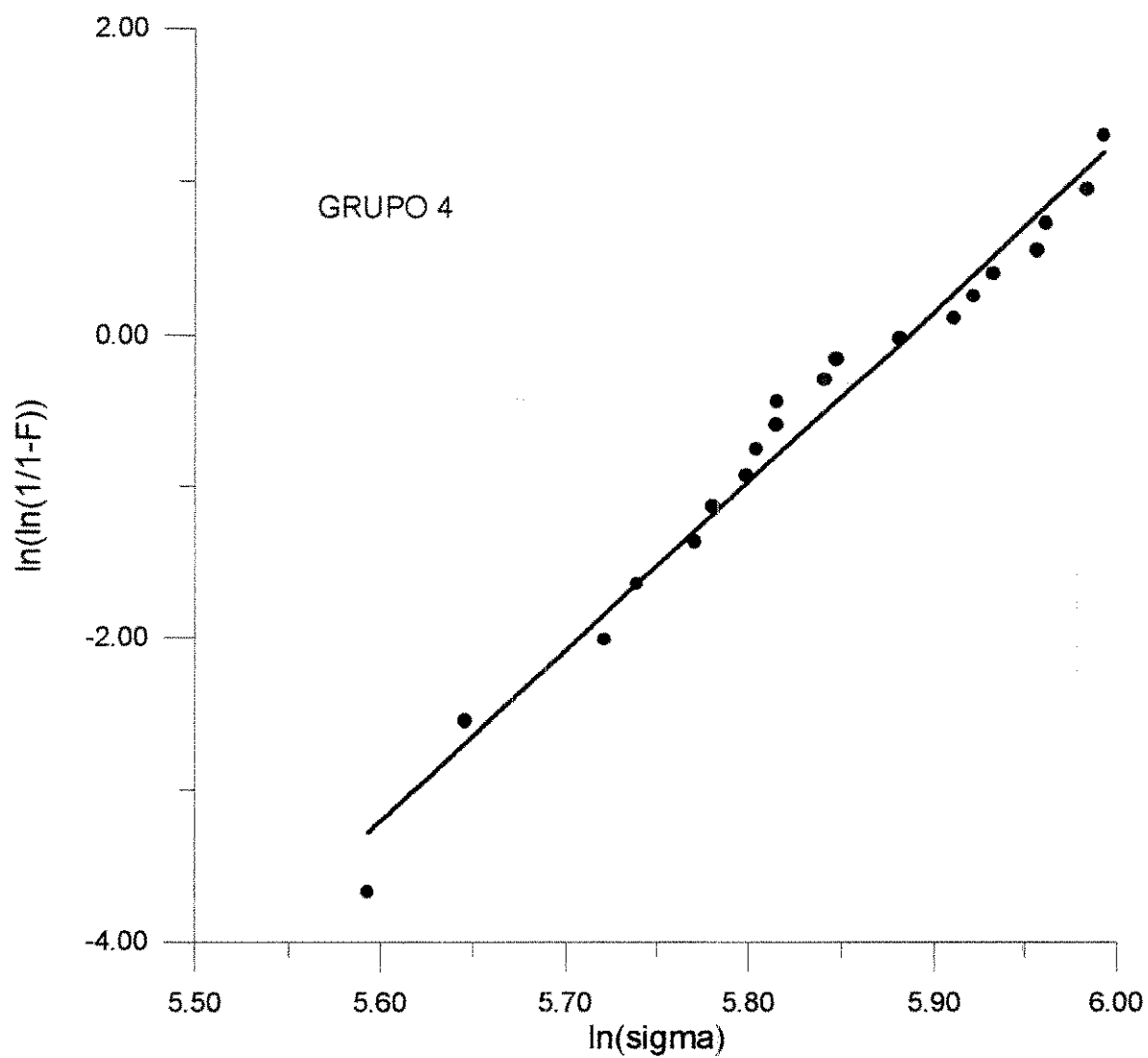


Figura 11 – Distribuição de Weibull para o Grupo 4.

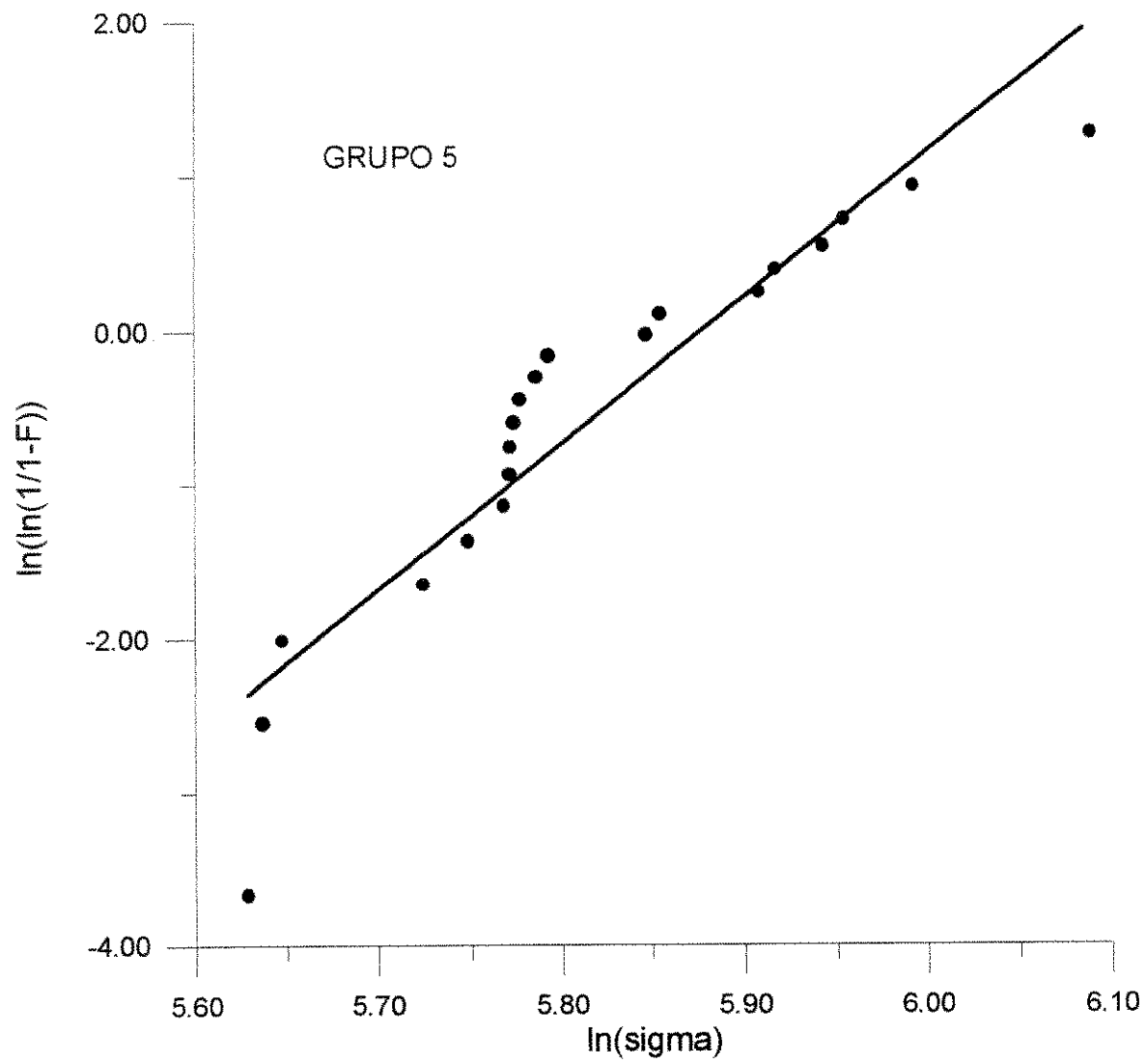


Figura 12 – Distribuição de Weibull para o Grupo 5.

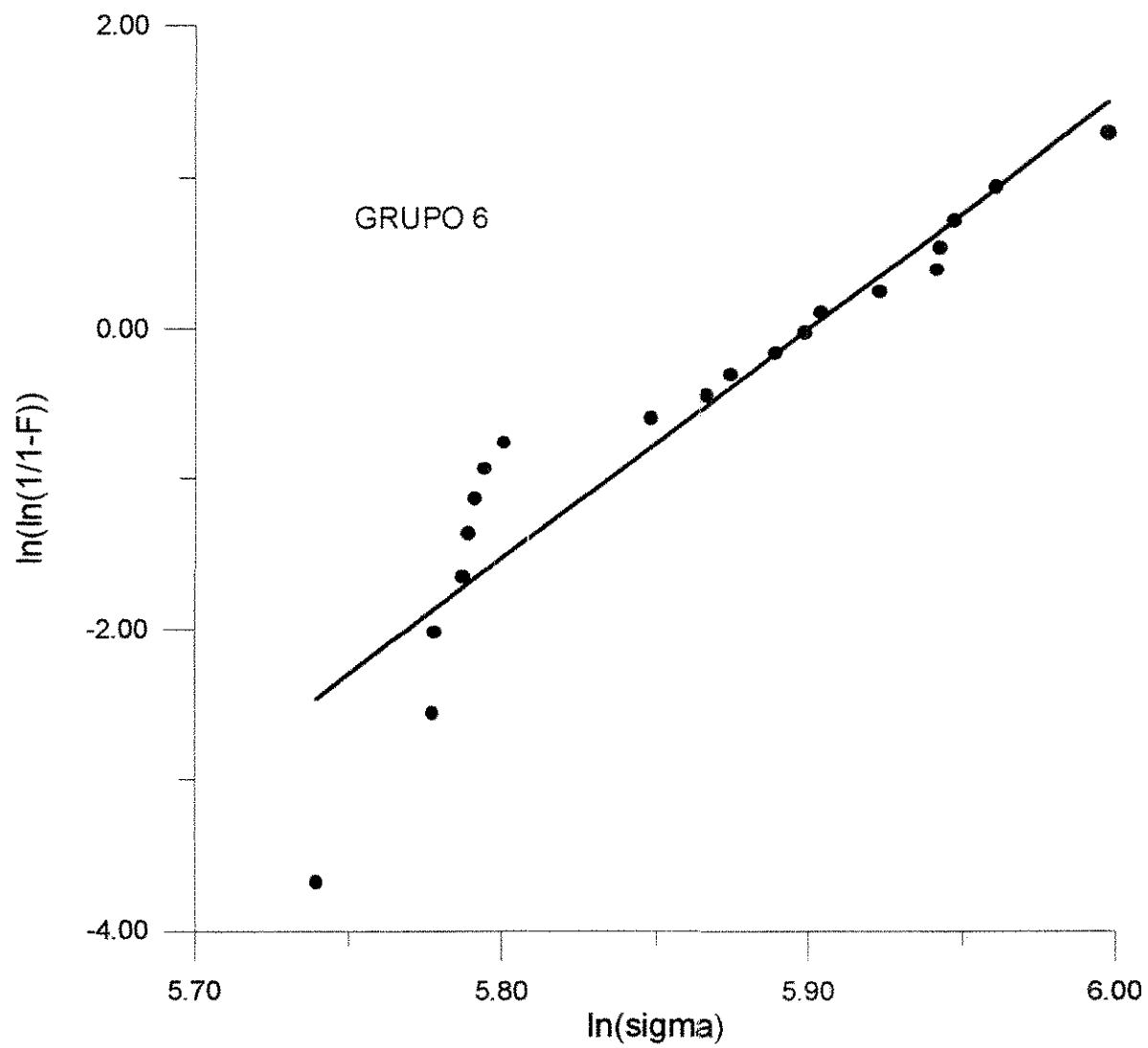


Figura 13 – Distribuição de Weibull para o Grupo 6.

Tabela 24 – Alteração da espessura de película após armazenagem para o grupo 2.

AMOSTRA	Espessura total do disco		Alteração da espessura de película após a armazenagem em mm
	Antes da armazenagem	Após a armazenagem	
01	2,20	2,16	- 0,04
02	2,07	2,03	- 0,04
03	1,99	1,96	- 0,03
04	2,11	2,09	- 0,02
05	2,23	2,20	- 0,03
06	2,15	2,15	-
07	2,15	2,13	- 0,02
08	2,11	2,08	- 0,03
09	2,10	2,07	- 0,03
10	2,16	2,13	- 0,03
11	2,11	2,08	- 0,03
12	2,11	2,09	- 0,02
13	2,11	2,10	- 0,01
14	2,23	2,21	- 0,02
15	2,08	2,07	- 0,01
16	2,12	2,09	- 0,04
17	2,22	2,20	- 0,02
18	2,18	2,15	- 0,03
19	2,18	2,15	- 0,03
20	2,13	2,10	- 0,03

Tabela 25 - Alteração da espessura de película após armazenagem para o grupo 3.

AMOSTRA	Espessura total do disco		Alteração da espessura de película após a armazenagem em mm
	Antes da armazenagem	Após a armazenagem	
01	2,10	2,09	- 0,01
02	2,03	2,00	- 0,02
03	1,99	1,97	- 0,02
04	2,05	2,03	- 0,02
05	2,07	2,05	- 0,02
06	2,10	2,09	- 0,01
07	2,03	2,02	- 0,01
08	2,01	2,00	- 0,01
09	2,02	1,99	- 0,03
10	2,08	2,05	- 0,03
11	2,06	2,05	- 0,01
12	2,03	2,01	- 0,02
13	2,10	2,06	- 0,04
14	1,95	1,93	- 0,02
15	2,07	2,05	- 0,02
16	2,02	2,00	- 0,02
17	1,99	1,96	- 0,03
18	1,97	1,97	-
19	1,95	1,93	- 0,02
20	2,12	2,10	- 0,02

Tabela 26 - Alteração da espessura de película após armazenagem para o grupo 5.

AMOSTRA	Espessura total do disco		Alteração da espessura de película após a armazenagem em mm
	Antes da armazenagem	Após a armazenagem	
01	2,21	2,20	- 0,01
02	2,09	2,07	- 0,02
03	2,20	2,19	- 0,01
04	2,10	2,10	-
05	2,23	2,19	- 0,04
06	2,13	2,08	- 0,05
07	2,15	2,11	- 0,04
08	2,19	2,15	- 0,04
09	2,13	2,09	- 0,04
10	2,10	2,09	- 0,01
11	2,14	2,10	- 0,04
12	2,23	2,20	- 0,03
13	2,20	2,18	- 0,02
14	2,24	2,21	- 0,03
15	2,14	2,11	- 0,03
16	2,16	2,15	- 0,01
17	2,18	2,15	- 0,03
18	2,25	2,21	- 0,04
19	2,27	2,24	- 0,03
20	2,22	2,18	- 0,04

Tabela 27 - Alteração da espessura de película após armazenagem para o grupo 6.

AMOSTRA	Espessura total do disco		Alteração da espessura de película após a armazenagem em mm
	Antes da armazenagem	Após a armazenagem	
01	2,08	2,06	- 0,02
02	2,02	1,99	- 0,03
03	2,07	2,05	- 0,02
04	2,06	2,04	- 0,01
05	2,22	2,17	- 0,05
06	2,11	2,08	- 0,03
07	2,11	2,11	-
08	2,10	2,09	- 0,01
09	2,00	2,00	-
10	2,11	2,11	-
11	1,95	1,96	- 0,01
12	2,03	2,02	- 0,01
13	2,28	2,22	- 0,06
14	2,13	2,10	- 0,03
15	2,12	2,10	- 0,02
16	2,14	2,12	- 0,02
17	2,17	2,16	- 0,01
18	2,04	2,04	-
19	2,11	2,13	- 0,02
20	2,28	2,27	- 0,01

Delineamento Experimental: Tensão de Fratura

Nome dos Fatores

Fator	Nome
A	Material
B	Tempo

Teste de Tukey para médias de material

Nº Ordem	Nº Trat.	Nome	Nº Repet.	Médias	Médias Originais	5%	1%
1	2	Enforce	60	345,088346	345,088346	a	A
2	1	Scotchbond	60	312,434644	312,434644	b	B

Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de significância indicado.

D.M.S. 5% = 14,00272 D.M.S. 1% = 18,46783

Teste de Tukey para médias de Material dentro de 24 horas do fator tempo

Nº Ordem	Nº Trat.	Nome	Nº Repet.	Médias	Médias Originais	5%	1%
1	2	Enforce	20	344,227539	344,227539	a	A
2	1	Scotchbond	20	314,493506	314,493506	b	A

Teste de Tukey para médias de Material dentro de 3 meses do fator tempo

Nº Ordem	Nº Trat.	Nome	Nº Repet.	Médias	Médias Originais	5%	1%
1	2	Enforce	20	338,414014	338,414014	a	A
2	1	Scotchbond	20	295,929956	295,929956	b	B

Teste de Tukey para médias de Material dentro de 6 meses do fator tempo

Nº Ordem	Nº Trat.	Nome	Nº Repet.	Médias	Médias Originais	5%	1%
1	2	Enforce	20	352,623486	352,623486	a	A
2	1	Scotchbond	20	326,880469	326,880469	b	A

Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de significância indicado.

D.M.S. 5% = 24,25342 D.M.S. 1% = 31,98721

Teste de Tukey para médias de Tempo

Nº Ordem	Nº Trat.	Nome	Nº Repet.	Médias	Médias Originais	5%	1%
1	3	6 meses	40	339,751978	339,751978	a	A
2	1	24 horas	40	329,360522	329,360522	ab	A
3	2	3 meses	40	317,17985	317,17985	b	A

Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de significância indicado.

D.M.S. 5% = 20,57110 D.M.S. 1% = 25,64932

Teste de Tukey para médias de Tempo dentro de Scotchbond do fator material

Nº Ordem	Nº Trat.	Nome	Nº Repet.	Médias	Médias Originais	5%	1%
1	3	6 meses	20	326,880469	326,880469	a	A
2	1	24 horas	20	314,493506	314,493506	ab	A
3	2	3 meses	20	295,929956	295,929956	b	A

Teste de Tukey para médias de Tempo dentro de Enforce do fator material

Nº Ordem	Nº Trat.	Nome	Nº Repet.	Médias	Médias Originais	5%	1%
1	3	6 meses	20	352,623486	352,623486	a	A
2	1	24 horas	20	344,227539	344,227539	a	A
3	2	3 meses	20	338,414014	338,414014	a	A

Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de significância indicado.

D.M.S. 5% = 29,09193 D.M.S. 1% = 36,27362